



# Etude du rôle des inclusions fluides dans les mécanismes de déformation des roches halitiques. Application aux formations salifères du bassin bressan

Paul Chemin

## ► To cite this version:

Paul Chemin. Etude du rôle des inclusions fluides dans les mécanismes de déformation des roches halitiques. Application aux formations salifères du bassin bressan. Géologie appliquée. Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 1990. Français. NNT: . tel-00529411

**HAL Id: tel-00529411**

**<https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-00529411>**

Submitted on 25 Oct 2010

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

78749

NS 13842  
2 (2)

**ECOLE NATIONALE DES PONTS ET CHAUSSEES**

**ETUDE DU ROLE DES INCLUSIONS FLUIDES  
DANS LES MECANISMES DE DEFORMATION DES ROCHES HALITQUES**

\*\*\*\*\*

**APPLICATION AUX FORMATIONS SALIFERES DU BASSIN BRESSAN**

**THESE**  
présentée par

**Paul CHEMIN**

pour obtenir le titre de

**DOCTEUR**

**de l'ECOLE NATIONALE DES PONTS ET CHAUSSEES**

**en**

**GEOLOGIE DE L'INGENIEUR**

Soutenue le 28 novembre 1990  
devant le jury composé de :

MM M. ARNOULD  
M. LANGER  
M. PAGEL  
E. MOLINAS  
J-M. LE CLEAC'H  
M. DEVEUGHELE

Président  
Rapporteur  
Rapporteur  
Examineur  
Examineur



RS



## **RESUME**

A travers cette étude, on s'attache à montrer que les saumures contenues dans les roches halitiques des formations salifères du Bassin bressan, apparaissent en quantités non négligeables et peuvent jouer un rôle important dans les mécanismes de déformation de ces roches, ceci tant à l'échelle humaine d'un projet souterrain que lors de la formation des dômes ou diapirs.

Dans la première partie, au cours de l'étude pétrographique et pétrophysique sur des carottes provenant de sondages profonds, nous analysons l'espace poreux des principaux faciès des roches halitiques en adaptant les méthodes de mesure classiques. Ceci permet d'estimer la teneur in situ en saumures intercristallines. On caractérise ensuite les inclusions fluides dans les cristaux de halite et une méthode de quantification de la teneur en saumures intracristallines est développée.

La deuxième partie de l'étude concerne l'analyse du rôle potentiel de ces saumures dans les mécanismes de déformation. Une synthèse bibliographique est effectuée, puis certains aspects sont précisés à l'aide d'essais expérimentaux réalisés avec une microcellule de fluage permettant l'observation au microscope, en continu, d'une lame épaisse de matériau sous contrainte et en lui imposant un gradient de température. A l'échelle humaine, on montre notamment que la déformation cataclastique peut dans certain cas être prépondérante et peut fortement augmenter la perméabilité. L'ajout de saumures ou l'éclatement thermique des inclusions fluides peut faciliter la rupture de la roche. La thermomigration des inclusions fluides intracristallines a également été analysée. A l'échelle des temps géologiques, on conforte, par des observations et des essais, l'hypothèse du rôle essentiel joué par les mécanismes de dissolution-cristallisation lorsqu'ils s'associent aux mécanismes de déformation plastique pour provoquer la recristallisation dynamique des roches halitiques.





## **AVANT-PROPOS**

Avant tout, je voudrais remercier toutes les personnes qui de près ou de loin m'ont aidé à réaliser cette étude.

En premier lieu, mes remerciements vont à M. le Professeur M. ARNOULD, Directeur du Centre de Géologie de l'Ingénieur, pour l'accueil qu'il m'y a réservé et pour la confiance qu'il m'a témoigné tout au long de ce travail.

M. le Professeur M. LANGER du Bundesanstalt für Geowissenschaften und Rohstoffe (BGR), grand spécialiste de la Géologie de l'Ingénieur, me fait l'honneur d'examiner ce travail. Je tiens à lui exprimer ici toute ma reconnaissance.

Je tiens à remercier particulièrement M. M. PAGEL, Directeur de recherche au CNRS et responsable au CREGU de Nancy, qui a également bien voulu examiner ce travail et apporter son oeil critique de spécialiste des inclusions fluides.

Je remercie M. E. MOLINAS de l'ANDRA pour avoir accepté de participer à ce jury et pour apporter l'avis d'un professionnel dans le cadre des projets de stockage des déchets radioactifs en formations salifères.

Je remercie l'ANDRA pour son soutien matériel à l'étude ainsi que le Gaz de France, et le B.G.R. qui m'ont fourni les échantillons sur lesquelles j'ai travaillé. MM BRULHET de l'ANDRA et MOGE du CREGU m'ont apporté leurs précieux conseils, je les en remercie.

M. M.DEVEUGHELE Maître de recherche à l'Ecole des Mines de Paris et à l'Ecole des Ponts et Chaussées a été mon Directeur de Thèse, il m'a proposé ce travail sur le sel de la Bresse et encadré. Je le remercie vivement et lui sais gré pour tout son dévouement et pour la confiance qu'il m'a également témoigné.

Je tiens ici à faire une mention spéciale pour remercier M. J.M. LE CLEAC'H Ingénieur Géologue, qui a suivi ce travail et qui a été un soutien de tous les instants. Il m'a consacré beaucoup de temps et m'a beaucoup appris. Ses grandes connaissances scientifiques et techniques, son imagination, sa simplicité et sa rigueur d'expression m'ont été très bénéfiques.

Je n'oublie pas Mme M. AUDIGUIER et M. D. LECA pour leurs conseils concernant l'étude de la porosité.

Je tiens à remercier spécialement Daniel LABERTHONNIERE toujours disponible, pour l'aide qu'il m'a apporté notamment en informatique ainsi que pour sa bonne humeur quotidienne.

Je remercie M J.AGAR pour toutes les techniques de laboratoire qu'il m'a enseignées et pour son amitié.

Je remercie également MM. BIHANNIC et LESAFFRE ainsi que tous le personnel et les thésards du CGI avec une mention particulière à Patrice LEBRUN pour son aide et pour les bon moments passés à travailler ensemble et à Julian ALONSO GARCIA pour nos conversations fructueuses et pour son amitié

Je remercie l'Ecole des Pont et Chaussées et son Directeur de la recherche pour le soutien financier qu'il m'ont accordé sous forme d'une bourse de recherche.

Enfin, je tiens à remercier toute ma famille et amis et surtout Khadija pour sa patience et son aide quotidienne sans lesquelles je n'aurais pu réaliser ce travail.

# SOMMAIRE

INTRODUCTION	1
METHODE DE TRAVAIL	5
1. CONDITIONS ET CARACTERISTIQUES DE L'ECHANTILLONNAGE	7
1.1. Echantillons provenant des formations salifères de la Bresse	7
1.2. Autres échantillons :	8
2. CONSERVATION ET PREPARATION DES ECHANTILLONS	9
2.1. Propriétés particulières de la halite	9
2.2. Préparation des échantillons	11
3. MOYENS D'OBSERVATION ET D'ANALYSE	12
4. MOYENS D'EXPERIMENTATION: LA MICROCELLULE DE FLUAGE.	13
 PREMIERE PARTIE	
CARACTERISATION PETROPHYSIQUE DES ROCHES HALITIQUES DES FORMATIONS DU BASSIN BRESSAN, IMPORTANCE DES SAUMURES	15
1. CADRE GEOLOGIQUE DES FORMATIONS SALIFERES DE LA BRESSE, IMPORTANCE DES ECOULEMENTS DE FLUIDES	17
1.1. CADRE STRATIGRAPHIQUE ET STRUCTURAL	17
1.1.1. Structure	17
1.1.2. Stratigraphie	18
1.1.3. Contexte géodynamique actuel	19
1.2. IMPORTANCE DES ECOULEMENTS FLUIDES A TRAVERS LES FORMATIONS SALIFERES	20
1.2.1. Contexte hydrogéologique des formations salifères de la Bresse	20
1.2.2. Possibilités d'écoulements fluides à travers les formations salifères en général	21
1.2.3. Conclusion	22
2. ANALYSE PETROGRAPHIQUE ET MICROSTRUCTURAL DES LITHOFACIES HALITIQUE DU BASSIN BRESSAN	23
2.1. INTRODUCTION	23
2.2. LES FACIES DE SEL LAITEUX ET LIMPIDE	23
2.2.1. Caractéristiques macroscopiques	23
2.2.2. Composition minéralogique et proportion des différents constituants	28
2.2.3. Les différents types de halite et leur microstructure	30
2.2.4. Organisation texturale des grains de halite formant les séquences de sel laiteux et limpide	31
2.3. LES FACIES DE SEL PHENOBLASTIQUE ET MIXTE	32
2.3.1. Caractéristiques macroscopiques	32
2.3.2. Composition minéralogique et proportion des différents constituants	36
2.3.3. Agencement textural des différents constituants	37
2.4. LES FACIES HALITIQUES PARTICULIERS	44
2.4.1. Les macrocristaux de sel hyalin	44

2.4.2. Le sel fibreux . . . . .	44
2.5. CONCLUSION . . . . .	45
3. ETUDE DE L'ESPACE POREUX ACCESSIBLE DES FACIES HALITIQUES DU BASSIN BRESSAN . . . . .	46
3.1. INTRODUCTION . . . . .	46
3.2. ETUDE DE L'ESPACE POREUX DES DIFFERENTS FACIES PAR L'OBSERVATION AU MICROSCOPE . . . . .	46
3.2.1. Observation des faciès de sel laiteux et de sel limpide . . . . .	46
3.2.2. Observation du sel phénoblastique . . . . .	54
3.2.3. Les joints de sédimentation . . . . .	57
3.3. ESTIMATION DE LA TAILLE ET DE LA DISTRIBUTION DES PORES PAR LA POROSIMETRIE AU MERCURE . . . . .	57
3.3.1. Introduction . . . . .	57
3.3.2. Principe et limite de la méthode pour les échantillons de sel . . . . .	57
3.3.3. Courbes et spectres porosimétriques d'un échantillon de sel laiteux, comparaison avec un échantillon de sel recristallisé . . . . .	58
3.3.4. Courbes et spectres porosimétriques d'un échantillon de sel phénoblastique à matrice carbonato-argileuse . . . . .	62
3.4. DETERMINATION DE LA POROSITE TOTALE DES DIFFERENTS FACIES HALITIQUES . . . . .	63
3.4.1. Intérêt de la mesure de la porosité totale . . . . .	63
3.4.2. Méthode de mesure de la porosité totale par saturation au décane . . . . .	64
3.4.3. Méthode de mesure de la porosité totale à l'aide d'un volumètre à mercure et d'un pycnomètre à hélium (méthode Hg-He) . . . . .	67
3.4.4. Résultats et interprétations des mesures . . . . .	70
3.4.5. Conclusion . . . . .	74
4. LES INCLUSIONS FLUIDES CONTENUES DANS LES FACIES HALITIQUES DU BASSIN BRESSAN . . . . .	76
4.1. INTRODUCTION . . . . .	76
4.2. LES INCLUSIONS FLUIDES INTRACRISTALLINES . . . . .	76
4.2.1. Origine des inclusions fluides intracristallines constituant la halite laiteuse . . . . .	77
4.2.2. Origine des inclusions fluides intracristallines isolées dans la halite limpide . . . . .	79
4.2.3. Origine des inclusions fluides en groupes alignés suivant des plans cristallins . . . . .	82
4.3. LES INCLUSIONS FLUIDES INTERCRISTALLINES . . . . .	82
4.3.1. Introduction . . . . .	82
4.3.2. Origine des fluides . . . . .	83
4.3.3. Interaction saumures intercristallines - halite . . . . .	83
4.4. ESTIMATION DE LA TENEUR EN SAUMURES DES DIFFERENTS FACIES HALITIQUES . . . . .	92
4.4.1. Le problème de la quantification des fluides dans les roches halitiques . . . . .	92
4.4.2. Quantification indirecte des inclusions fluides intercristallines . . . . .	94
4.4.3. Quantification indirecte des inclusions fluides intracristallines des différents faciès halitiques de la Bresse . . . . .	95
4.4.4. Conclusion . . . . .	104

## DEUXIEME PARTIE

### ETUDE DU ROLE DES SAUMURES DANS LES MECANISMES DE DEFORMATION DES ROCHES HALITIQUES DU BASSIN BRESSAN PAR L'OBSERVATION EN MICROCELLULE DE FLUAGE

107

5. ANALYSE DE LA STRUCTURE CRISTALLINE DE LA HALITE DES FACIES DE SEL DE LA BRESSE ET DU SITE DE ASSE . . . . .	109
5.1. INTRODUCTION . . . . .	109
5.2. LE RESEAU CRISTALLIN DE LA HALITE . . . . .	109
5.2.1. Le réseau cristallin théorique . . . . .	109
5.2.2. Les défauts cristallins dans la halite . . . . .	109
5.3. STRUCTURE CRISTALLINE DE LA HALITE NATURELLE DE LA BRESSE ET DU DOME DE ASSE . . . . .	112
5.3.1. Structure en mosaïque de la halite hyaline . . . . .	112
5.3.2. Analyse du réseau cristallin de la halite par diffractométrie des R.X. . . . .	113
5.3.3. Analyse géochimique du réseau cristallin . . . . .	114
5.3.4. Observation des lignes de dislocation par la technique des figures d'attaque . . . . .	115
5.3.5. Conclusion . . . . .	120
6. ASPECT PHYSIQUE ET THEORIQUE DES MECANISMES DE DEFORMATION DE LA HALITE ET DES ROCHES HALITIQUES, IMPORTANCE DES MECANISMES DE DEFORMATION PAR DISSOLUTIONS CRISTALLISATION . . . . .	121
6.1. INTRODUCTION . . . . .	121
6.2. MECANISMES DE DEFORMATION DU RESEAU CRISTALLIN DE LA HALITE . . . . .	122
6.2.1. Introduction . . . . .	122
6.2.2. Déformation du réseau cristallin répondant à des solicitations thermiques; dilatation thermique de la halite . . . . .	123
6.2.3. Déformation du réseau cristallin sous sollicitations mécaniques instantanées; rupture des cristaux . . . . .	123
6.2.4. Déformation sous sollicitations mécaniques et thermiques progressives; plasticité du réseau cristallin de la halite . . . . .	124
6.3. MECANISMES DE DEFORMATION CATACLASTIQUE ET PLASTIQUE DES ROCHES HALITIQUES . . . . .	126
6.3.1. Le fluage des roches halitiques . . . . .	126
6.3.2. Carte des mécanismes de déformation plastique des roches halitiques . . . . .	127
6.3.3. La déformation cataclastique . . . . .	129
6.4. LES MECANISMES DE DEFORMATION DES ROCHES HALITIQUES PAR DISSOLUTION-CRISTALLISATION . . . . .	129
6.4.1. Introduction . . . . .	129
6.4.2. Processus génétiques entrant dans la formation des domaines dans les roches halitiques et aptitude de ces différents domaines à contenir des saumures . . . . .	130
6.4.3. Répartition des contraintes et des températures autour des domaines . . . . .	132
6.4.4. Processus physico-chimiques de dissolution- cristallisation . . . . .	132
6.4.5. Conclusion . . . . .	135
6.5. LA RECRISTALLISATION DYNAMIQUE . . . . .	137
6.6. CONCLUSION . . . . .	137

7. APPROCHE EXPERIMENTALE DE LA DEFORMATION CATACLASTIQUE ET PLASTIQUE DES ROCHES HALITIQUES DE LA BRESSE PAR L'OBSERVATION CONTINUE EN MICROCELLULE DE FLUAGE, COMPORTEMENT LORS DE L'INJECTION DE SAUMURES . . . . .	138
7.1. INTRODUCTION . . . . .	138
7.2. LA MICROCELLULE DE FLUAGE, MOYEN D'OBSERVATION EN CONTINU DE LA DEFORMATION DES ROCHES HALITIQUES . . . . .	138
7.2.1. La microcellule et son environnement . . . . .	138
7.2.2. Déroulement des essais réalisés . . . . .	142
7.3. OBSERVATION EN CONTINU DE LA DEFORMATION CATACLASTIQUE ET PLASTIQUE DE LAMES EPAISSES DE SEL LAITEUX ET DE SEL PHENOBLASTIQUE . . . . .	143
7.3.1. Essai de fluage de longue durée à montée en contrainte et température lente sur une lame épaisse de sel laiteux . . . . .	143
7.3.2. Essai de fluage de moyenne durée sur une lame épaisse de sel laiteux avec montée rapide en pression et en température . . . . .	149
7.3.3. Essai sous sollicitations mécaniques seules . . . . .	150
7.3.4. Essai de fluage de longue durée sur une lame épaisse de sel phénoblastique avec montée lente en contrainte et en température . . . . .	151
7.4. INJECTION DE SAUMURE DANS UNE LAME EPAISSE DE SEL LAITEUX EN COURS D'ESSAI SOUS SOLLICITATION MECANIQUE . . . . .	156
7.4.1. Principe de l'injection . . . . .	156
7.4.2. Essais effectués . . . . .	156
7.4.3. Observation en continu de la déformation de la lame au microscope optique . . . . .	156
7.4.4. Interprétation . . . . .	159
7.5. OBSERVATION EN CONTINU AU MICROSCOPE DES MECANISMES DE DEFORMATION PLASTIQUE DES GRAINS DE HALITE . . . . .	161
7.5.1. Introduction . . . . .	161
7.5.2. Observation en continu de la déformation plastique d'un grain de halite . . . . .	161
7.5.3. Observation au microscope des bandes de glissements plans ou croisés . . . . .	161
7.5.4. Interprétations . . . . .	166
7.6. CONCLUSION . . . . .	166
8. APPROCHE EXPERIMENTALE DU COMPORTEMENT EN MICROCELLULE DE FLUAGE DES INCLUSIONS FLUIDES DES ROCHES HALITIQUES DE LA BRESSE LORS DE SOLLICITATIONS MECANIKES ET THERMIQUES . . . . .	167
8.1. INTRODUCTION . . . . .	167
8.2. OBSERVATION DU COMPORTEMENT DES INCLUSIONS FLUIDES INTRACRISTALLINES LORS DE SOLLICITATIONS MECANIKES ET THERMIQUES . . . . .	167
8.2.1. Etat d'équilibre thermodynamique des inclusions . . . . .	167
8.2.2. Observation du comportement des inclusions fluides lors de l'augmentation progressive de la contrainte et de la température . . . . .	171
8.2.3. Fracturation thermique de la halite assistée par fluide . . . . .	174
8.3. OBSERVATION AU MICROSCOPE DE LA THERMOMIGRATION DES INCLUSIONS FLUIDES INTRACRISTALLINES DANS LE SEL LAITEUX	

ET LE SEL PHENOBLASTIQUE LORS DU FLUAGE EN MICROCELLULE SOUS GRADIENT DE TEMPERATURE . . . . .	176
8.3.1. La thermomigration des inclusions fluides dans la halite . . . . .	176
8.3.2. Déroulement des essais . . . . .	179
8.3.3. Observation de la migration des inclusions fluides à travers les cristaux de halite . . . . .	179
8.3.4. Vitesse et direction de migration des inclusions fluides . . . . .	180
8.3.5. Observation de l'évolution de la migration des inclusions fluides en limites des grains de halite . . . . .	182
8.3.6. Synthèse des observations . . . . .	191
8.4. OBSERVATION DES INTERACTIONS ENTRE LES INCLUSIONS FLUIDES INTRACRISTALLINES ET LA DEFORMATION PLASTIQUE DES GRAINS DE HALITE LORS DU FLUAGE . . . . .	192
8.4.1. Observation de l'évolution de la forme des chevrons et des cornets dans des lame épaisse de sel laiteux . . . . .	192
8.4.2. Observation au microscope du comportement passif des inclusions fluides dans les amas par rapport aux cristaux de halite . . . . .	192
8.4.3. Evolution possible de la déformation passive des inclusions fluides . . . . .	193
8.4.4. Texture des faciès de sel recristallisé . . . . .	193
8.4.5. Observation de l'évolution de la saumure contenue dans les joints de grains . . . . .	194
8.4.6. observation des joints de grains au microscope optique en cours d'essais de fluage et au M.E.B. après l'essai . . . . .	194
8.5. OBSERVATION DE L'EVOLUTION DES INCLUSIONS FLUIDES INTERCRISTALLINES ET DES JOINTS DE GRAINS LORS DU FLUAGE . . . . .	194
8.6. Conclusion . . . . .	195
CONCLUSION GENERALE	201





## FIGURES

Figure 1:	Localisation des sondages carottés d'où proviennent les échantillons de sel de Bresse étudiés (d'après Curial 1987, modifié). . . . .	8
Figure 2:	Localisation des échantillons de sel de Bresse étudiés. . . . .	10
Figure 3:	Schéma de préparation des échantillons . . . . .	11
Figure 1.1:	Carte structurale de l'est de la France (d'après Chauve 1979, dans Curial 1987) . . . . .	17
Figure 1.2:	Carte structurale du fossé bressan et position des formations salifères (d'après Bergerat et al 1989) . .	18
Figure 1.3:	Coupe géologique du bassin de la Bresse (d'après Bergerat et al 1989). . . . .	19
Figure 1.4:	Coupe stratigraphique synthétique de la série salifère bressanne dans la région d'Etrez (d'après Curial 1987) . . . . .	20
Figure 1.5:	Exemple d'alternances de roches halitiques (en blanc) et de roches non halitiques (en noir) dans l'unité salifère E3. Corrélations établies à partir de sondages carottés (d'après Moretto 1987, modifié). . . . .	19
Figure 1.6:	Coupe hydrogéologique simplifiée du Bassin bressan (d'après Graillat, dans Geneste 1987) . . . . .	22
Figure 2.1:	Diffractogrammes de R.X. des résidus de dissolution d'échantillons de sel laiteux (SBL06) et de sel limpide (SBL49). . . . .	29
Figure 2.2:	Répliques de textures d'échantillons de sel laiteux et limpide . . . . .	33
Figure 2.3:	Diffractogrammes de R.X. des résidus de dissolution d'échantillons de sel phénoblastique à matrice carbonato-sulfatée à halite d'imprégnation (SBP31) et à matrice carbonato-argileuse (SBP48). . . . .	38
Figure 3.1:	Courbe et spectre porosimétrique d'un échantillon du faciès de sel laiteux de la Bresse (SBL06). . . . .	59
Figure 3.2:	Courbe et spectre porosimétrique d'un échantillon du faciès de sel recristallisé du dôme de Asse. . . . .	60
Figure 3.3:	Courbe et spectre porosimétrique d'un échantillon du faciès de sel phénoblastique de la Bresse (SBP33). . .	61
Figure 3.4:	Schéma de principe de la pesée hydrostatique . . . . .	66
Figure 3.5:	Dispositif de mesure de la masse humide à l'aide des courbes de séchage. . . . .	67
Figure 3.6:	Exemple de courbe de séchage pour un échantillon de sel laiteux (SBL18) et pour un échantillon de sel phénoblastique (SBP33) . . . . .	68
Figure 3.7:	Schéma de principe du volumètre à mercure . . . . .	69
Figure 4.1:	Les différents stades d'évolution thermodynamique d'un film de saumure dans un clivage ou un joint de grain (d'après Roedder, modifié) . . . . .	92
Figure 4.2:	Principe de la détermination de la teneur en saumure du squelette solide de polycristaux de halite . . . . .	96
Figure 4.3:	Masse volumique de NaCl pur en fonction de la température (en partie d'après les données du NBS monographie 167). . . . .	97

Figure 4.4:	Masse volumique du décane liquide en fonction de la température (d'après les données de Riddick et Bunger, 1959) . . . . .	98
Figure 5.1:	Réseau cristallin cubique faces centrées de la halite et face (010) de la maille élémentaire. . . . .	110
Figure 5.2:	Défauts ioniques élémentaires . . . . .	110
Figure 5.3:	Défauts atomiques dans les cristaux ioniques . . . . .	111
Figure 5.4:	Dislocation coin . . . . .	112
Figure 5.5:	Dislocation vis . . . . .	112
Figure 5.6:	structure mosaïque des macrocristaux de halite hyaline de la Bresse . . . . .	113
Figure 5.7:	Rapport hauteur/largeur des pics (400) des cristaux de différents types de halite (moyenne sur plusieurs mesures) . . . . .	114
Figure 5.8:	Localisation des pointés pour les analyses à la microsonde du sel recristallisé - concentration en $\text{Ca}^{2+}$ . . . . .	116
Figure 6.1:	Les trois grands types de déformation pour une roche (d'après Gratier 1984) . . . . .	122
Figure 6.2:	Formation d'un clivage à l'échelle atomique par répulsion des deux surfaces . . . . .	124
Figure 6.3:	Système de glissement coin $(110)\{110\}$ . . . . .	125
Figure 6.4:	Système de glissement coin $(100)\{110\}$ . . . . .	125
Figure 6.5:	Schéma de principe du mécanisme de polygonisation : formation d'un joint entre deux sous-grains. . . . .	126
Figure 6.6:	Courbe temps-déformation montrant les différents stades du fluage en laboratoire. . . . .	127
Figure 6.7:	Carte des mécanismes de déformation de la halite (d'après Munson 1979, dans Hansen 1987) . . . . .	128
Figure 6.8:	Modèle de structure des joints de grains dans les roches déformées (d'après White et White 1981, dans Gratier 1984). . . . .	131
Figure 6.9:	Schéma de principe de la migration de la limite d'un grain par dissolution-cristallisation induite par l'énergie interne . . . . .	133
Figure 6.10:	Courbe de fluage du sel Asse (d'après Spiers 1986) . . . . .	134
Figure 6.11:	Schéma de principe de la dissolution-cristallisation induite par l'énergie de surface ("Pressure-solution") . . . . .	135
Figure 6.12:	Carte des mécanismes de déformation de la halite (d'après Spiers 1986). . . . .	136
Figure 7.1:	Principe de l'essai mécanique et thermique en microcellule . . . . .	139
Figure 7.2:	Schéma indiquant la position des résistances chauffantes à l'intérieur de la boîte . . . . .	140
Figure 7.3:	Evolution de la température et de la contrainte au cours de l'essai de longue durée sur une lame de sel laiteux . . . . .	144
Figure 7.4:	Schéma de la surface de la lame épaisse de sel laiteux au cours de l'essai de longue durée à montée en contrainte et en température lente. . . . .	146
Figure 7.5:	Schéma de l'évolution du joint de grain représenté en planche 7.3 lors de l'essai de longue durée. . . . .	150
Figure 7.6:	Evolution de la température et de la contrainte au cours de l'essai longue durée sur une lame de sel phénoblastique. . . . .	151

Figure 7.7:	Schéma de la surface de la lame de sel phénoblastique lors de l'essai de longue durée avec montée en contrainte et en température lente. . . . .	154
Figure 7.8:	Interprétation de l'évolution de la fissure lors de l'injection de la saumure lors de l'essai de fluage sur une lame de sel laiteux. . . . .	159
Figure 8.1:	Inclusion fluide en cristal négatif parfait (a) ou arrondie (b) . . . . .	168
Figure 8.2:	Inclusion fluide de grande taille à morphologie complexe . . . . .	168
Figure 8.3:	Conditions de déroulement des essais thermiques et exemple d'évolution des températures d'homogénéisation et de retrait de certaines inclusions fluides . . . . .	170
Figure 8.4:	Solubilité de la halite en fonction de la température . . . . .	171
Figure 8.5:	Graphe des vitesses de migration des inclusions fluides en fonction de leur taille dans la lame de sel laiteux. . . . .	181
Figure 8.6:	Graphe des vitesses de migration des inclusions fluides en fonction de leur taille dans la lame de sel phénoblastique. . . . .	182
Figure 8.7:	Positionnement des inclusions fluides observées lors de la thermomigration en cours de fluage dans la lame de sel laiteux et dans la lame de sel phénoblastique indiquant leur sens et direction de migration par rapport au gradient moyen. . . . .	183
Figure 8.8:	Direction et sens de migration des inclusions fluides et groupes d'inclusions fluides par rapport au gradient moyen dans les lames de sel laiteux et de sel phénoblastique, au cours des deux essais de fluage. .	189



## TABLEAUX

Tableau 3.1:	Résultats des mesures de porosité totale obtenues par saturation au décane pour les différents faciès halitiques de la Bresse. . . . .	72
Tableau 3.2:	Résultats des mesures de porosité totale par la méthode He-Hg sur des petits échantillons des différents faciès halitiques de la Bresse.(volume d'environ 3 cm <sup>3</sup> ) . . .	73
Tableau 3.3:	Estimation des porosités totales in situ des différents faciès halitiques de la Bresse à partir des résultats obtenus en laboratoire. . . . .	75
Tableau 4.1:	Analyses ponctuelles à la microsonde des précipitations d'inclusions fluides intracristallines de halite laiteuse . . . . .	79
Tableau 4.2:	Analyses ponctuelles à la microsonde des précipitations d'inclusions fluides intracristallines isolées . . . .	81
Tableau 4.3:	Résultats des mesures de teneurs en saumures intracristalline effectuées sur des échantillons de séquences décimétriques par la méthode de pesée hydrostatique. . . . .	101
Tableau 4.4:	Résultats des mesures de teneurs en saumures intracristallines effectuées sur des petits échantillons à l'aide du pycnomètre à hélium. . . . .	102
Tableau 4.5:	Comparaison des deux méthodes de mesure des teneurs en saumures . . . . .	101
Tableau 4.6:	Tableau récapitulatif des teneurs moyennes en saumures intracristallines à l'échelle des cristaux de halite .	104
Tableau 4.7:	Tableau récapitulatif des teneurs en saumures intracristallines à l'échelle des séquences centimétriques ou des passées décimétriques des différents faciès halitiques . . . . .	104
Tableau 6.1:	Mesure de la dilatation thermique linéaire des différents faciès de sel de la Bresse et du dôme de Asse . . . .	123



## PLANCHES

Planche 2.1:	Clichés photographiques des tronçons de carotte des faciès de sel laiteux, limpide et hyalin . . . . .	24
Planche 2.2:	Section de halite laiteuse et de halite limpide observées en lames minces au microscope optique en lumière transmise. . . . .	26
Planche 2.3:	Clichés photographiques montrant les textures d'échantillons de sel laiteux et de sel limpide en lames minces. . . . .	34
Planche 2.4:	Clichés photographiques des tronçons de carotte des faciès de sel phénoblastique et mixte. . . . .	40
Planche 2.5:	Clichés photographiques de lames minces pris au microscope en lumière polarisée-analysée montrant des exemples caractéristiques de matrices des faciès de sel phénoblastique. . . . .	42
Planche 3.1:	Aspect de la surface des joints de grains des faciès de sel laiteux et limpide de la Bresse observés au microscope en lumière transmise sur des lames épaisses. . . . .	48
Planche 3.2:	Clichés photographiques de joints de grains des faciès de sel laiteux et de sel limpide de la Bresse et des faciès de sel recristallisé de dôme, observés au microscope en lumière transmise et au M.E.B. . . . .	50
Planche 3.3:	Clichés photographiques pris au M.E.B montrant la porosité des différents types de matrice du sel phénoblastique. . . . .	52
Planche 3.4:	Principe de l'injection de saumures dans une lame épaisse de sel laiteux et clichés montrant la saumure dans le joint . . . . .	55
Planche 4.1:	Inclusions fluides intracristallines primaires, monophasées, constituant les chevrons, cornets et trémies. . . . .	84
Planche 4.2:	Clichés photographiques pris au microscope des inclusions fluides intracristallines primaire isolées dans la halite limpide. . . . .	86
Planche 4.3:	Clichés photographiques pris au microscope lors des observations d'inclusions fluides réparties selon des plans cristallins privilégiés. . . . .	88
Planche 4.4:	Clichés photographique d'inclusions fluides intracristallines pris au M.E.B. et d'inclusions fluides intercristallines observées au microscope optique. . .	90
Planche 5.1:	Clichés photographiques de lames épaisses pris au microscope en lumière réfléchie montrant les sous-grains dans le sel laiteux révélés par polissage chimique. .	117
Planche 5.2:	Clichés photographiques montrant des exemples de figures d'attaques sur des lames épaisses correspondant aux dislocations dans les cristaux de halite laiteuse. . .	118
Planche 7.1:	Clichés photographiques de La microcellule de fluage .	141
Planche 7.2:	Clichés photographiques présentant l'état initial et l'état final de la lame de sel laiteux pour l'essai de fluage de longue durée à montée en contrainte et température lente. . . . .	145



Planche 7.3:	Clichés photographiques présentant les stades successifs de l'ouverture d'un joint de grain (I) dans la lame épaisse de sel laiteux lors de l'essai longue durée en microcellule. . . . .	147
Planche 7.4:	Clichés photographiques présentant les stades successifs de l'ouverture d'un joint de grain (II) dans la lame épaisse de sel laiteux lors de l'essai longue durée en microcellule. . . . .	148
Planche 7.5:	Clichés photographiques et schémas de la surface de la lame épaisse de sel laiteux lors de l'essai de moyenne durée avec montée rapide en contrainte et en température. . . . .	152
Planche 7.6:	Clichés photographiques présentant l'état initial et l'état final de la lame de sel phénoblastique lors de l'essai de fluage longue durée à montée en contrainte et température lente. . . . .	153
Planche 7.7:	Clichés photographiques présentant l'état initial et l'état final de la lame de sel laiteux lors de l'essai de fluage avec injection de saumure. . . . .	157
Planche 7.8:	clichés photographiques présentant l'état des joints de grains et d'une fissure remplis de saumure. . . . .	158
Planche 7.9:	Observation au microscope optique en lumière réfléchie des bandes de glissements plans et croisées apparues sur la surface d'un grain dans la lame épaisse de sel laiteux lors de l'essai en microcellule. . . . .	160
Planche 7.10:	Observation au microscope en lumière réfléchie des bandes de glissements plans et croisés apparues sur la surface des grains de la lame épaisse de sel laiteux lors de l'essai de fluage. . . . .	162
Planche 7.11:	Observation au microscope en lumière réfléchie des bandes de glissements plans et croisés apparues sur la surface des grains de la lame épaisse de sel laiteux lors de l'essai de fluage. . . . .	164
Planche 8.1:	Clichés photographiques montrant les morphologies prises par les inclusions fluides lors de sollicitations thermiques. . . . .	173
Planche 8.2:	Clichés photographiques et schémas correspondant montrant les morphologie des inclusions fluides lors de l'augmentation progressive de la contrainte. . . . .	175
Planche 8.3:	Clichés photographiques montrant les morphologies des inclusions fluides lors de l'augmentation progressive de la contrainte et de la température. . . . .	177
Planche 8.4:	Clichés photographiques montrant la fissuration thermique des inclusions dans des lames épaisses en microcellule lors de l'augmentation progressive de la contrainte et de la température . . . . .	178
Planche 8.5:	Thermomigration de deux inclusions fluides de grande taille avec traversée d'un joint de grain comportant des minéraux non halitiques. Essai de fluage sur la lame épaisse de sel laiteux. . . . .	184
Planche 8.6:	Thermomigration d'une inclusion fluide de grande taille avec traversé d'un joint de grain. Essai de fluage sur la lame épaisse de sel laiteux. . . . .	185
Planche 8.7:	Thermomigration d'inclusions fluides de petite taille. Essai de fluage sur la lame épaisse de sel laiteux. . . . .	186

Planche 8.8:	Thermomigration d'une inclusion fluide de grande taille dans la lame épaisse de sel phénoblastique lors de l'essai de fluage. . . . .	187
Planche 8.9:	Thermomigration particulière de certaines inclusion fluide. Essai de fluage sur les lame épaisse de sel laiteux et phénoblastique. . . . .	188
Planche 8.10:	clichés photographiques montrant la thermomigration d'une inclusion fluide dans une lame épaisse avec un gradient supérieure à 50°C/cm. . . . .	190
Planche 8.11:	Clichés photographiques pris au microscope optique montrant la déformation passive des inclusions fluides intracristallines lors des essais de fluage sur les lames épaisses de sel laiteux. . . . .	196
Planche 8.12:	Clichés photographiques pris au microscope optique et au M.E.B. montrant l'évolution de joints de grains à inclusions de saumures lors de l'essai de fluage du sel laiteux. . . . .	197
Planche 8.13:	Clichés photographiques pris au microscope optique sur des lames épaisses montrant les "reliques" d'inclusions fluides primaires dans le sel recristallisé du dôme de Asse et dans le sel de Bresse. . . . .	198



## **INTRODUCTION**



## CADRE ET OBJECTIF DE L'ETUDE

Cette étude s'inscrit dans le cadre des travaux de recherche entrepris par le Centre de Géologie de l'Ingénieur concernant l'analyse pétrophysique et l'étude des micromécanismes de déformation des faciès halitiques de la série salifère du Bassin bressan. Un projet de stockage des déchets radioactifs de haute activité dans les formations salifères profondes pose entre autres problèmes à étudier celui de l'imperméabilité à la migration des radionucléides vers la biosphère et celui de la stabilité géomécanique du site à l'échelle humaine mais aussi à l'échelle des temps géologiques. Dans les deux cas, de nombreux travaux antérieurs ont montré que les saumures contenues ou susceptibles d'être apportées dans ces formations salifères peuvent jouer un rôle considérable à estimer précisément.

Dans ce cadre, le but particulier de cette étude est de caractériser et de quantifier les saumures contenues dans les roches halitiques des formations salifères de la Bresse puis d'apporter une contribution à la compréhension du rôle de ces saumures lors de sollicitations mécaniques et thermiques, par visualisation de la déformation à l'échelle des grains minéraux constituant la roche.

L'objectif de la première partie de cette étude est de caractériser d'un point de vue pétrophysique les lithofaciès halitiques. Pour cela une synthèse pétrographique a été réalisée sur la base de travaux antérieurs et à partir d'observations et d'analyses d'échantillons sélectionnés dans des sondages. Cette synthèse a permis de distinguer différents "faciès pétrographiques" désignant ici des roches qui possèdent des compositions et des textures similaires à l'échelle décimétrique à métrique. Cette distinction a été réalisée pour individualiser d'une part des matériaux pouvant avoir des comportements géomécaniques différents et d'autre part des matériaux ayant des porosités et des perméabilités différentes. Deux points importants ont ensuite été abordés :

- l'étude et la quantification de l'espace poreux de ces faciès halitiques à l'aide d'observations microscopiques assez originales, de porosimétrie au mercure et par le développement de méthodes permettant de mesurer les faibles volumes poreux;
- l'étude et la quantification à l'aide d'observations microscopiques des saumures sous forme d'inclusions fluides dans les grains et les joints de grains de la halite. Une méthode originale pour mesurer la teneur en saumures des différents faciès, a été développée.

L'objectif de la deuxième partie de l'étude a consisté dans un premier temps à réaliser une synthèse des différents mécanismes de déformation des roches halitiques afin de situer le rôle des saumures notamment dans les processus de déformation par dissolution-cristallisation. L'interaction entre la déformation par fluage et le comportement des inclusions fluides a été ensuite visualisée expérimentalement à l'aide d'une microcellule qui permet d'observer au microscope, en continu, les déformations d'un échantillon lors de l'application de sollicitations mécaniques et thermiques.

Les processus de déformation cataclastique avec fissuration de l'échantillon ont été étudiés pour des échantillons représentatifs des

principaux faciès halitiques de la Bresse. Des injections de saumures en cours d'essai ont été réalisées afin de mettre en évidence le rôle très important des saumures dans ces phénomènes. Une étude du comportement des inclusions fluides lors de sollicitations mécaniques et thermiques a été réalisée. On s'est intéressé particulièrement à l'observation spécifique du phénomène de thermomigration des inclusions dans les principaux faciès ainsi qu'au phénomène de fissuration thermique. L'observation du comportement passif des inclusions fluides ainsi que celle de l'évolution des joints de grains remplis de saumures au cours d'essais expérimentaux, complétée par des observations texturales des faciès de sel recristallisé, ont permis d'aboutir à des conclusions intéressantes sur le rôle des inclusions fluides dans l'évolution géologique des gisements de sel.

## **METHODE DE TRAVAIL**





## CONTEXTE PRATIQUE DE L'ETUDE

Le travail présenté dans ce mémoire nécessite avant tout d'être placé dans son contexte pratique et ceci pour trois raisons principales :

- le sel gemme et les roches salifères en général sont des matériaux très particuliers du fait de la forte solubilité et de la grande fragilité des cristaux de halite. Il s'est donc avéré indispensable de prendre de nombreuses précautions pour la conservation et la manipulation des échantillons. Il a également été nécessaire de développer des méthodes spécifiques à leur préparation;
- l'échantillonnage est certainement l'un des aspects les plus importants;
- la plupart des techniques d'analyse et d'observation utilisées ainsi que les essais expérimentaux réalisés sont originaux.

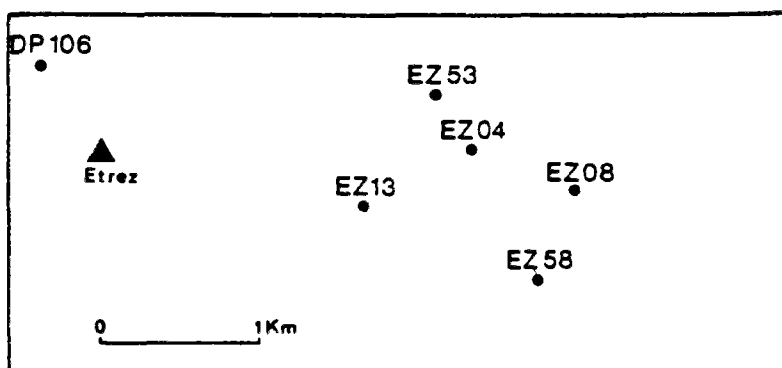
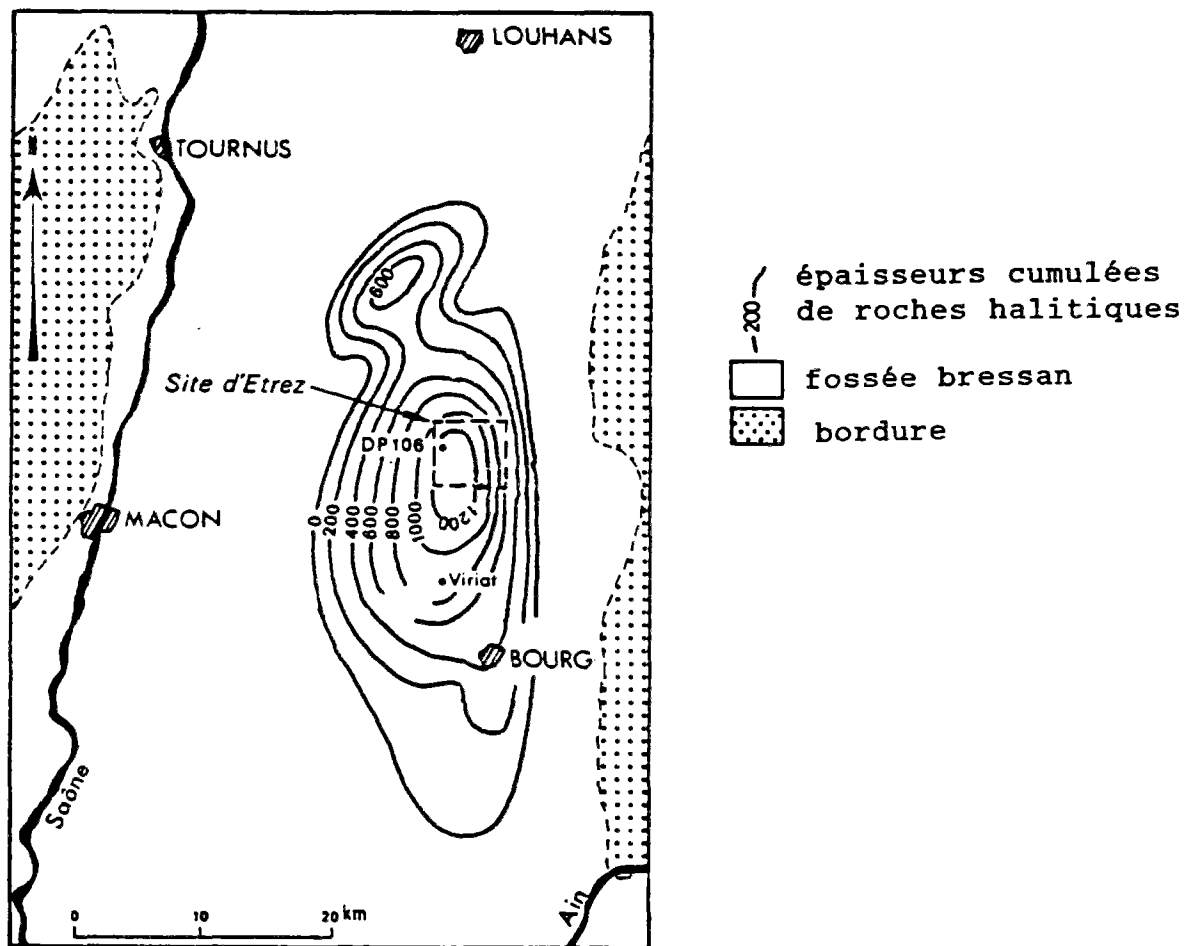
### 1. CONDITIONS ET CARACTERISTIQUES DE L'ECHANTILLONNAGE

#### 1.1. Echantillons provenant des formations salifères de la Bresse

La plupart des échantillons mis à notre disposition proviennent de cinq sondages voisins réalisés pour Gaz de France dans la série salifère de la Bresse répertoriés EZ et situés au centre du bassin salifère (figure 1).

L'observation préliminaire de l'ensemble des sondages a montré une grande diversité dans les faciès pétrographiques et dans les successions de séquences halitiques et non halitiques. Une sélection d'échantillons des lithofaciès halitiques représentatifs les mieux conservés a été retenue. Au total 13 m de carottes ont été prélevés, la figure 2 indique la localisation des échantillons, leur positionnement et leur répartition dans la série salifère.

L'état de conservation des échantillons, irréversible, est un paramètre important qu'il convient de bien analyser pour en tenir compte lors des interprétations. Les carottes présentaient différents signes d'une altération acquise dès la foration mais aussi pendant la conservation; la foration bien qu'effectuée à la boue sursalée a dégradé partiellement les carottes, ainsi, une importante fracturation est visible à leur surface et la présence de parties blanchâtres autour des zones fracturées témoigne d'une certaine pénétration de fluides dans la roche. Lors du stockage dans la carothèque, des bourgeonnements d'amas d'aiguilles de gypse et des concrétionnements de cristaux de halite sont apparus à la surface des carottes à cause de l'humidité ambiante, des dissolutions macroscopiques des cristaux de halite en surface des carottes sont également visibles. Des observations de lames épaisses au microscope ont montré une pénétration d'humidité dans les clivages et les joints de grains ainsi que vraisemblablement, une perte de saumures originelles (chapitre 4).



**Figure 1:** Localisation des sondages carottés d'où proviennent les échantillons de sel de Bresse étudiés (d'après Curial 1987, modifié).

Ces échantillons ont été privilégiés car ils étaient en quantité suffisante pour être représentatifs.

### **1.2. Autres échantillons :**

Pour les analyses microstructurales comparatives, des échantillons en quantité limitée provenant du site de Asse (dômes d'Allemagne du nord) ont été utilisés. Ils ont été mis à notre disposition dans le cadre d'une coopération avec le Bundesanstalt für Geowissenschaften und Rohstoffe (B.G.R.). Leur état de conservation montre également une altération qui se manifeste surtout par une importante fracturation des carottes. Les observations au microscope ont montré une certaine perte de saumure, moindre cependant que pour les échantillons de sel de la Bresse, avec localement de l'humidité dans les joints et clivages. Ces échantillons représentent des gisements de sel en dôme à un stade d'évolution géologique très avancée comme en témoigne la recristallisation quasiment complète de la halite.

Des cristaux de halite synthétique pure, utilisés comme étalon pour les mesures pétrophysiques ainsi que les analyses géochimiques et cristallographiques, ont été fournis par la société CRISTAL-TEC.

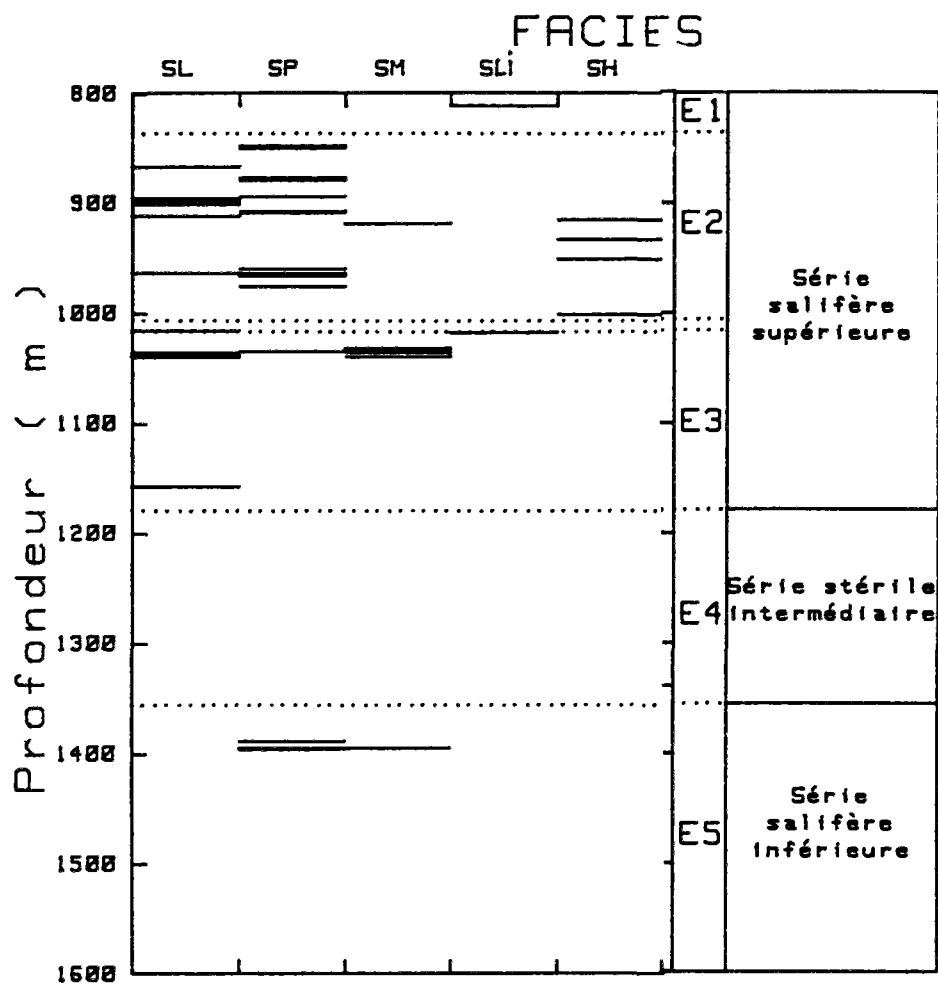
## **2. CONSERVATION ET PREPARATION DES ECHANTILLONS**

La halite, principal constituant des matériaux étudiés, possède des propriétés particulières qui rendent nécessaire d'une part la prise de précautions pour le stockage des carottes et d'autre part le développement de méthodes spécifiques pour la confection et la manipulation des échantillons destinés aux essais et aux observations.

### **2.1. Propriétés particulières de la halite**

Le chlorure de sodium NaCl est très soluble dans l'eau dans les conditions normales (360 g/l à 20°C), il est également très hygroscopique, la halite attire l'humidité à toute température. Le stockage des échantillons, les manipulations, les analyses et observations ainsi que les essais expérimentaux ont été effectués dans un laboratoire à taux d'humidité faible et contrôlé au moyen de bacs de gel de silice régénéré périodiquement à l'étuve. Le taux d'humidité de la pièce a été maintenu entre 30% et 40%, la température réglée à 25°C l'hiver et 28°C l'été.

Les matériaux étudiés sont également très sensibles à la fracturation car les cristaux de halite présentent des clivages très faciles et des fissures liées à l'ouverture des joints de grains. Cette sensibilité à la fracturation fait que les méthodes classiques de préparation d'échantillons destinés aux essais expérimentaux n'ont pas pu être mises en oeuvre au risque d'altérer l'intégrité de ces échantillons. Des modes de préparation spécifiques se sont révélés indispensables.



**Légende :** (dénomination propre au Centre de Géologie de l'Ingénieur)

SL : sel laiteux  
 SLI : sel limpide  
 SP : sel phénoblastique  
 SM : sel mixte  
 SH : sel hyalin

**Figure 2:** Localisation des échantillons de sel de Bresse étudiés.

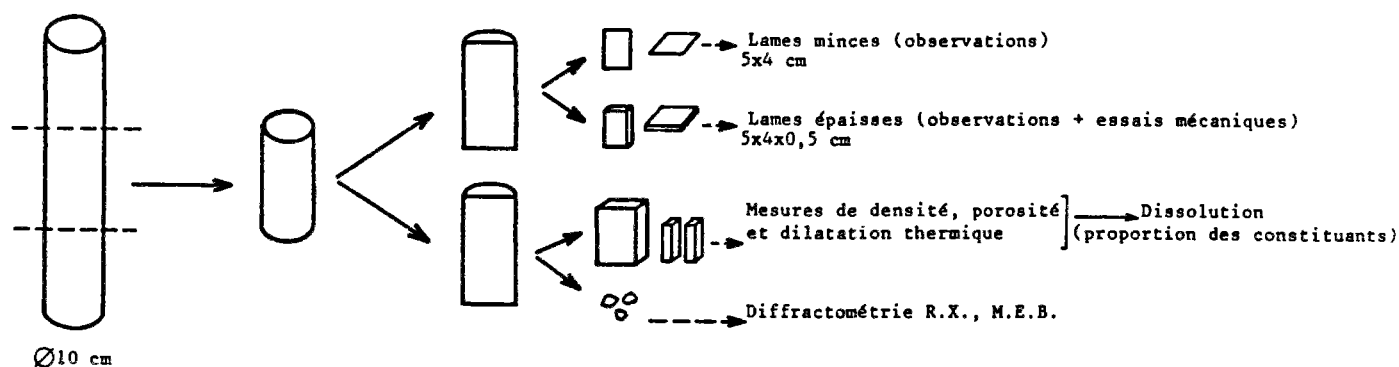


Figure 3: Schéma de préparation des échantillons

## 2.2. Préparation des échantillons

(figure 3)

Un premier travail d'observation et de sélection des carottes de sel de Bresse et des échantillons de sel de dôme a permis de mettre en évidence un certain nombre de "faciès pétrographiques" représentatifs dans les deux cas, sur lesquels l'ensemble des études pétrographiques, microstructurales et pétrophysiques a été basé (première partie).

Pour chaque faciès, après les observations macroscopiques des carottes, des lames minces (5 cm x 4 cm x 30  $\mu$ m) et des lames épaisses (5 cm x 4 cm x 0,5 cm) ont été taillées parallèlement et perpendiculairement à la stratification dans le cas du sel de Bresse et parallèlement et perpendiculairement à l'orientation macroscopique des cristaux dans le cas du sel de dôme. Des lames épaisses particulières (5 cm x 4 cm x 0,5 cm) nécessitant une préparation soignée ont été préparées pour les essais de fluage en microcellule. Pour les faciès principaux, des échantillons destinés aux mesures de porosité, de densité et de dilatation thermique ont été confectionnés. Des "chutes" ont également été utilisées pour les analyses de diffractométrie R.X. et pour les observations au microscope électronique à balayage (M.E.B.).

### Confection des lames minces et épaisses

Elles ont nécessité d'abord un prédécoupage des carottes. Pour cela plusieurs types de scies ont été testés, dans tous les cas, on a observé une fracturation plus ou moins intense du matériau (apparition de clivages et ouvertures des joints de grains). Les moins mauvais résultats ont été obtenus avec une scie à lame circulaire diamantée de 200 mm de diamètre et de 1 mm d'épaisseur. Le sciage doit être très lent. Une huile MARCOL très fluide a été utilisée en faible quantité pour le refroidissement et la lubrification. La confection proprement dite des lames a été réalisée au moyen d'une microtrancheuse de précision de type ACCUTOM (STRUERS) à avancement automatique. La lame de scie utilisée a un diamètre de 175 mm et une épaisseur de 0,5 mm, l'abrasif étant du diamant. Le sciage se fait très lentement, à sec et donne de très bon résultats.

Les lames minces ou épaisses obtenues sont ensuite polies mécaniquement à l'aide d'une polisseuse, le polissage se fait à sec selon un mode opératoire étudié pour minimiser l'échauffement de l'échantillon et sa fissuration. Une finition par polissage chimique dans une solution de 3 volumes d'acide chlorydrique (normalité 1) pour 1 volume d'eau, est effectuée pour certaines lames de halite.

### 3. MOYENS D'OBSERVATION ET D'ANALYSE

L'approche choisie a été celle de l'observation.

L'essentiel du travail s'est fait à l'échelle des grains minéraux de halite (échelle millimétrique à centimétrique). La halite possède une particularité très intéressante qui est la transparence des grains. Cela a permis de développer une méthode d'observation microscopique qui consiste à visualiser en lumière transmise l'intérieur des grains de halite en trois dimensions et ceci à travers des lames épaisses de 1 à 5 mm.

Les observations de l'ensemble des grains ont été faites à l'oeil nu et avec prise de clichés photographiques. Cette méthode permet d'observer l'agencement des grains, ainsi que leur déformation globale lors des essais en microcellule.

Les observations des grains eux-mêmes et de leurs constituants ont été faites à l'aide d'un microscope optique de recherche LEITZ (ORTHOPLAN-POL). La technique mise au point consiste à observer l'intérieur des cristaux en lumière transmise en faisant varier la mise au point du microscope, ce qui permet de traverser toute l'épaisseur de la lame épaisse. Il y a cependant trois inconvénients :

- la mise au point se faisant dans un seul plan, l'image autour d'un point observé est toujours un peu floue;
- on peut difficilement observer l'intérieur des cristaux de halite lorsque les amas de minéraux non halitiques ou d'inclusions fluides sont trop denses;
- les clichés photographiques ne restituent que très mal la vision en trois dimensions.

Cette méthode permet des grossissements de 10x jusqu'à 300x (à l'aide d'objectifs à grande distance frontale). Elle est parfaitement adaptée à l'observation des inclusions fluides dans la halite.

Les observations au microscope en lumière réfléchie permettent de visualiser les contours des grains, les sous-grains, ainsi que les figures d'attaque liées aux dislocations du réseau cristallin. Ces figures d'attaque sont obtenues sur des lames épaisses après immersion rapide de la lame dans une solution contenant 4g de cristaux de perchlorure de fer par litre d'acide acétique froid (99,8% min.  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) (Mendelson 1962).

Des observations au microscope électronique à balayage (M.E.B.) ont également été effectuées.

Les analyses minéralogiques ont été faites à l'aide de la diffractométrie de rayons X (anticathode de cobalt, monochromateur avant). La recherche de marqueurs géochimiques a été effectuée à la microsonde électronique (au Centre de Géologie Générale et Minière de l'Ecole des Mines de Paris), des mesures de dilatation thermique linéaire ont été effectuées avec un dilatomètre de précision.

La caractérisation de l'espace poreux des faciès halitiques a nécessité la mise au point de techniques particulières pour la mesure des faibles porosités. Deux méthodes ont été développées, l'une par adaptation de la "pesée hydrostatique" classique, l'autre à l'aide d'un volumètre à mercure et d'un pycnomètre à hélium. Des essais porosimétriques ont été effectués à l'aide d'un porosimètre CARLO-ERBA 2000.

La quantification des inclusions de saumures a également nécessité le développement d'une méthode basée sur la mesure précise de la masse volumique de la halite.

#### **4. MOYENS D'EXPERIMENTATION: LA MICROCELLULE DE FLUAGE.**

Dans le but d'analyser les micromécanismes actifs lors de la déformation de différents faciès de roches salifères sous sollicitations thermiques et mécaniques, le Centre de Géologie de l'Ingénieur a conçu et développé une microcellule permettant l'observation visuelle complète en cours d'essai d'une lame épaisse.

Cette microcellule d'essai permet d'observer la déformation des roches halitiques à l'oeil nu ou au microscope optique en lumière transmise. Elle s'est avérée parfaitement adaptée à l'étude du comportement des inclusions fluides dans les cristaux de halite ainsi qu'à l'étude des saumures piégés dans les joints de grains. Deux adaptations ont été effectuées :

- la construction d'une boîte chauffante permettant d'avoir un gradient de température dans la lame en cours d'essai afin d'observer la migration des inclusions fluides;
  - une modification permettant l'injection de saumures dans des lames intactes ou dans des lames fissurées en cours d'essai, ceci afin de visualiser le comportement d'un échantillon saturé.
-





**- PREMIERE PARTIE -**

**CARACTERISATION PETROPHYSIQUE  
DES FACIES HALITIQUES  
DU BASSIN BRESSAN**

**\*\*\***

**IMPORTANCE DES INCLUSIONS FLUIDES**



## - CHAPITRE 1 -

### CADRE GEOLOGIQUE DES FORMATIONS SALIFERES DE LA BRESSE

#### 1.1. CADRE STRATIGRAPHIQUE ET STRUCTURAL

##### 1.1.1. Structure

Les formations salifères de la Bresse font partie de la série sédimentaire bressanne (figure 1.1). C'est une dépression d'orientation Nord-Sud qui est comblée par des sédiments d'âge tertiaire et quaternaire et qui d'un point de vue géotectonique correspond à un fossé d'effondrement apparu à l'éocène supérieur. Ce fossé fait partie d'une zone de distension intraplaque de type graben : le "rift intracontinental ouest européen". Son origine géodynamique est liée aux contre-coups de la collision des plaques africaine et européenne (formation des Alpes occidentales).

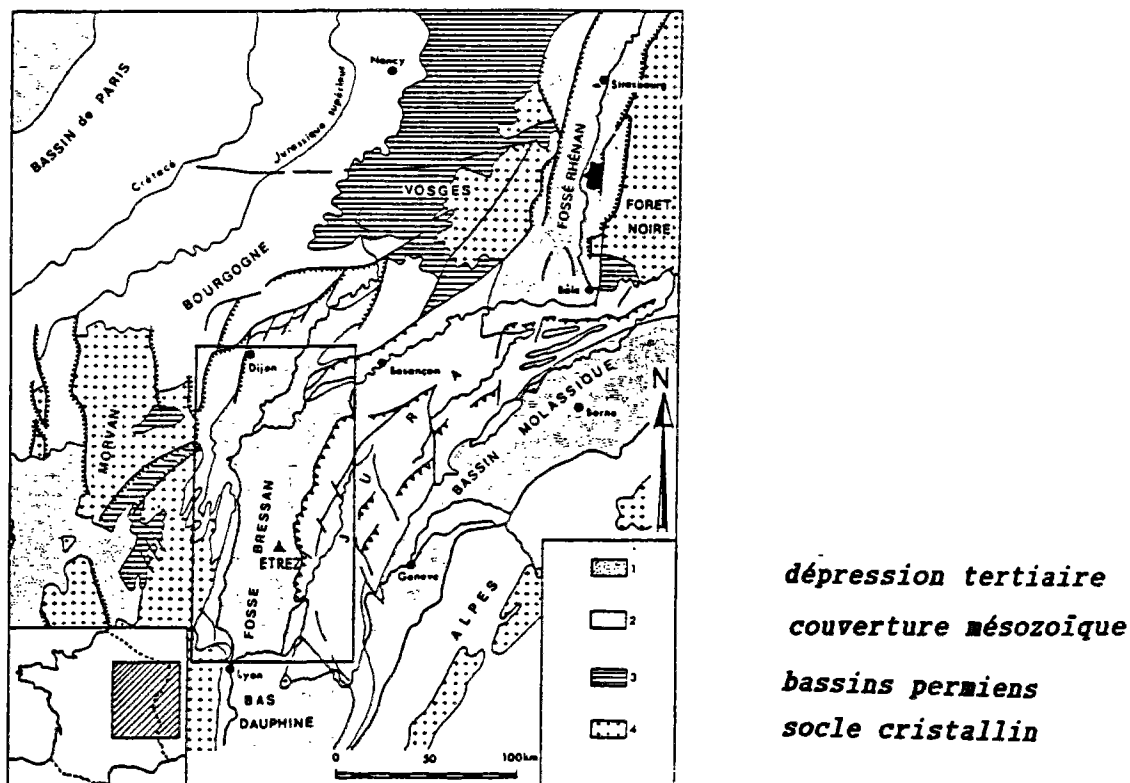
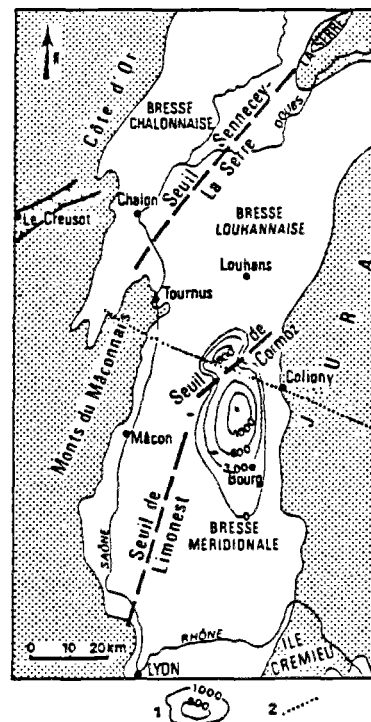


Figure 1.1: Carte structurale de l'est de la France (d'après Chauve 1979, dans Curial 1987)

Le fossé s'est formé en deux périodes tectoniques successives (Bergerat 1986) :

- une compression N-S, engendrant des décrochements crustaux, à l'éocène supérieur;
- une distension E-W à l'oligocène.

Le rejeu de fractures crustales anciennes lors de la distension a découpé le fossé en sous-bassins, l'essentiel des formations salifères étant localisé en Bresse méridionale (figure 1.2 et 1.3). C'est dans ce sous-bassin que la subsidence éocène supérieur/oligocène a été la plus active, avec le dépôt de 1400 mètres de matériaux salifères dans la région d'Etrez qui peut être considéré comme le dépôt principal du sous-bassin. Les échantillons utilisés pour cette étude proviennent de sondages effectués dans cette région.



1) courbes isopaques  
des formations salifères

2) coupe en figure 1.3

Figure 1.2: Carte structurale du fossé bressan et position des formations salifères (d'après Bergerat et al 1989)

### 1.1.2. Stratigraphie

Des horizons repères isochrones permettent (figure. 1.4) de subdiviser ces formations salifères en six ensembles corrélés à l'échelle du site par la sismique et les diagraphies (Curial 1987).

La sédimentation évaporitique s'est manifestée dans le Bassin bressan par d'importants dépôts montrant une alternance de sédiments non salifères et de sédiments salifères (quelques dizaines à quelques centaines de mètres d'épaisseur) constitués par des niveaux halitiques et des niveaux carbonatés ou argileux, avec des sulfates omniprésents (figure 1.5).

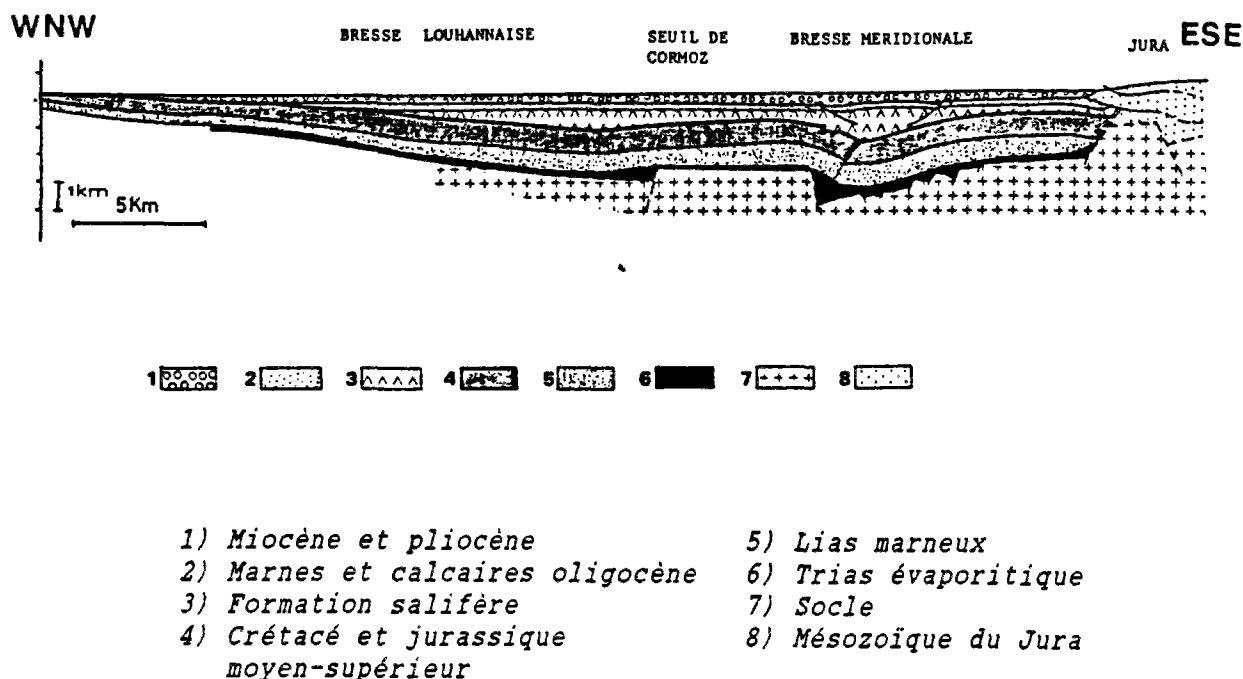


Figure 1.3: Coupe géologique du bassin de la Bresse (d'après Bergerat et al 1989).

### 1.1.3. Contexte géodynamique actuel

Le contexte géodynamique actuel de la France et de la Bresse résulte de la collision des plaques africaine et européenne. D'après les travaux du BRGM, l'étude des mécanismes aux foyers montre que le régime des contraintes en Bresse est un régime de compression horizontale N-S à NNW-SSE. A l'échelle du gisement en profondeur, aucune donnée n'a encore été publiée. Il serait cependant intéressant de connaître la répartition des contraintes ainsi que le déviateur entre les contraintes verticales dues au poids des formations et les contraintes horizontales, cela a une grande importance pour les phénomènes de dilatance mécanique et la fissuration des roches car celle ci peut favoriser les circulations des fluides dans le gisement comme nous le verrons dans la deuxième partie de ce travail.

Aux USA, des mesures par fracturation hydraulique ont été faites dans des gisements de roches salifères stratiformes de mêmes caractéristiques que celui de la Bresse, avec des conditions régionales de système compressif (Bush, Barton, 1989). Ces mesures ont donné dans certains cas de fortes valeurs de contraintes horizontales non uniformément réparties dans la série.

On peut penser à priori que pour les formations salifères de la Bresse, le régime compressif et les alternances décimétriques à métriques de niveaux compétents anhydritiques et calcaires et de niveaux incompétents halitiques et marneux, rendant le gisement mécaniquement très anisotrope, soit à

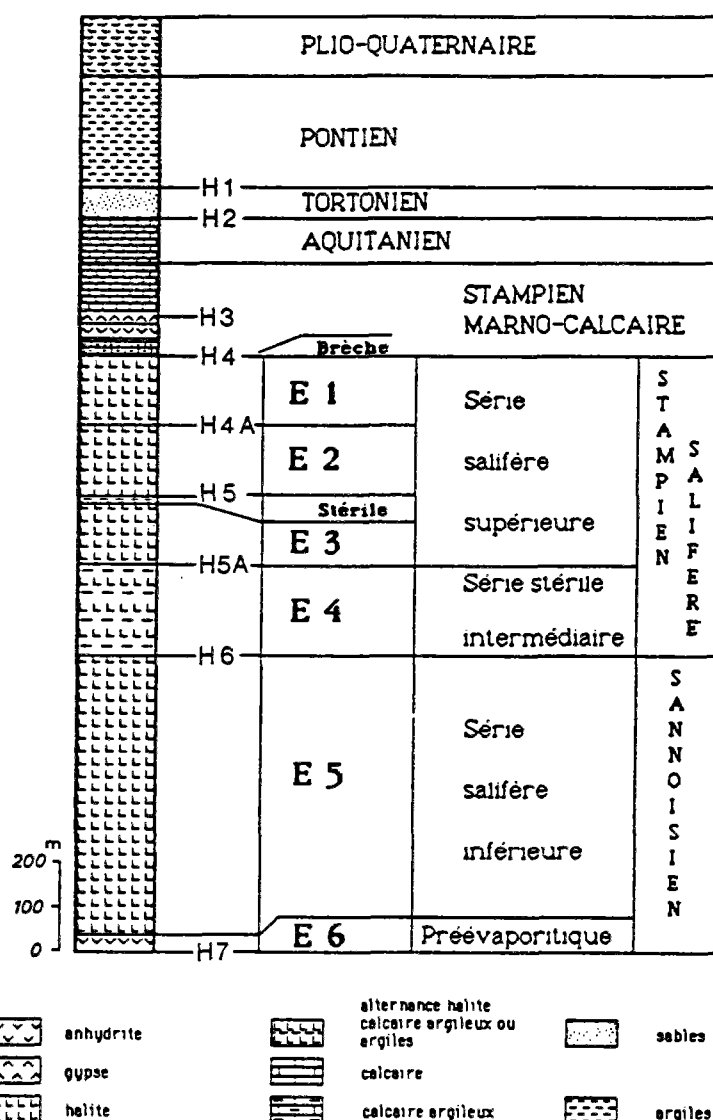


Figure 1.4: Coupe stratigraphique synthétique de la série salifère bressanne dans la région d'Etrez (d'après Curial 1987)

l'origine d'un fort contraste de contraintes horizontales d'un niveau à l'autre.

## 1.2. IMPORTANCE DES ECOULEMENTS FLUIDES A TRAVERS LES FORMATIONS SALIFERES

### 1.2.1. Contexte hydrogéologique des formations salifères de la Bresse

Une coupe hydrogéologique à travers le Bassin bressan (figure 1.6) permet de mettre en évidence la géométrie des terrains, la nature des matériaux et leurs caractéristiques hydrauliques. Ceci a été étudié par le BRGM et il en ressort clairement que les formations salifères sont entourées de marnes

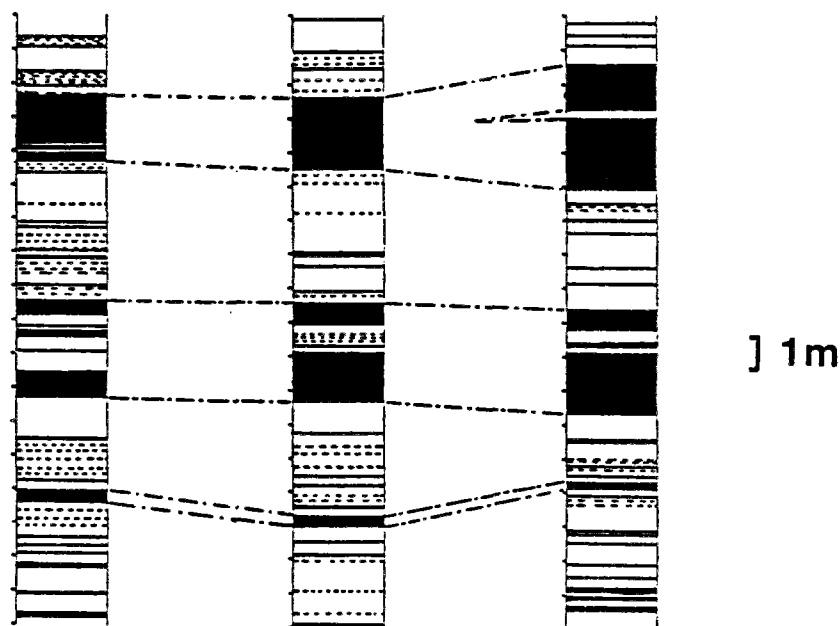


Figure 1.5: Exemple d'alternances de roches halitiques (en blanc) et de roches non halitiques (en noir) dans l'unité salifère E3. Corrélations établies à partir de sondages carottés (d'après Moretto 1987, modifié).

tertiaires considérées comme semi-perméables. Viennent ensuite deux aquifères sus-jacents, les calcaires aquitaniens et surtout les sables miocènes contenant chacun une nappe captive. On trouve sous les formations salifères, les calcaires du crétacé et du jurassique supérieur formant un aquifère à nappe captive.

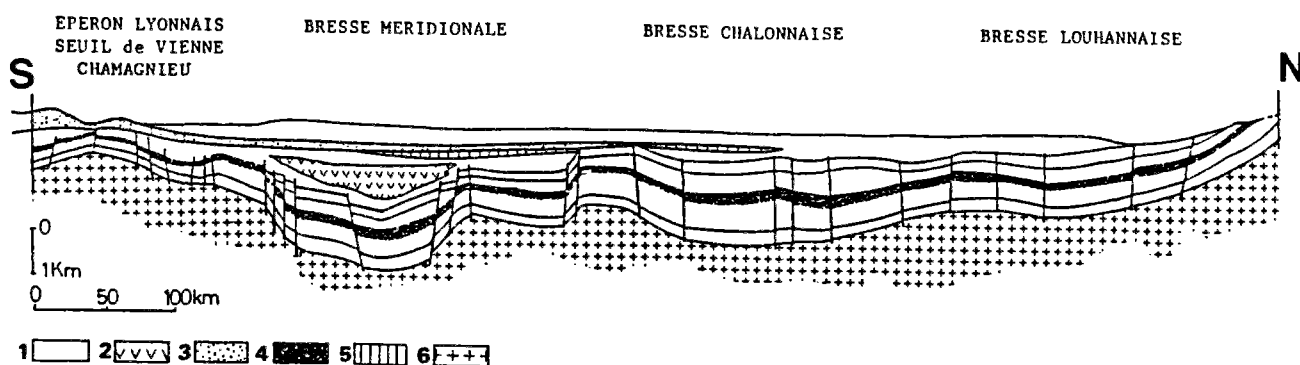
Les formations salifères de la Bresse peuvent donc être considérées comme protégées des dissolutions depuis le tertiaire par les marnes. De plus, elles sont généralement classées comme des formations parfaitement imperméables. Il a également été admis pendant longtemps que le phénomène de plasticité du sel permet de cicatrifier les fissures éventuelles. Ceci amène généralement à considérer ces formations géologiques comme très intéressantes pour le stockage de déchets radioactifs dont un des principaux problèmes réside dans l'imperméabilité à la migration des radionucléides et aux écoulements de fluides qui en sont le véhicule essentiel.

#### 1.2.2. Possibilités d'écoulements fluides à travers les formations salifères en général

Le concept d'écoulement régional à travers les formations évaporitiques est devenu de plus en plus d'actualité avec les problèmes posés par les projets de stockage. Il est lié à la notion de perméabilité des roches salifères et dépend donc de deux facteurs essentiels :

- la porosité des roches et des formations;
- l'échelle de temps prise en considération.





- |                               |                                    |
|-------------------------------|------------------------------------|
| 1) Formations semi-perméables | 4) Calcaires jurassique et crétacé |
| 2) Formations salifères       | 5) Calcaires aquitanien            |
| 3) Sables miocène             | 6) Socle                           |

Figure 1.6: Coupe hydrogéologique simplifiée du Bassin bressan  
(d'après Graillat, dans Geneste 1987)

Le cas du gisement de sel stratiforme permien du bassin de Palo Duro aux USA, bien que différent de celui de la Bresse, est assez significatif (Kreitler et al, 1985). Il a été clairement montré à l'aide d'un modèle hydrodynamique et de corrélations isotopiques, que les formations salifères doivent être considérées comme semi-perméables, ayant un potentiel pour transmettre les fluides identique à celui des argiles avec des valeurs de perméabilités aux liquides en laboratoire de l'ordre de  $10^{-19} \text{ m}^2$  et in situ de l'ordre de  $10^{-18} \text{ m}^2$ . Les fuites depuis l'aquifère supérieur à travers les roches salifères donnent environ 30% de l'eau dans l'aquifère sous-jacent, il est à noter que ces transferts se font à l'échelle des temps géologiques. Il a également été montré à l'aide de la comparaison des mesures de perméabilité in situ et en laboratoire ainsi qu'à l'aide d'observations pétrographiques et structurales que les écoulements se font beaucoup plus à travers une porosité de fracture liée à la tectonique, qu'à travers les grains minéraux.

### 1.2.3. Conclusion

L'exemple du Bassin de Palo Duro montre l'intérêt que l'on peut accorder aux écoulements possibles à travers les formations salifères.

## - CHAPITRE 2 -

### ANALYSE PETROGRAPHIQUE ET MICROSTRUCTURALE DES LITHOFACIES HALITIQUES DU BASSIN BRESSAN

#### 2.1. INTRODUCTION

Dans les sondages de la série salifère de la Bresse, deux grands types de lithofaciès sont à opposer :

- les lithofaciès halitiques caractérisés par une teneur en halite de l'ordre de 80% en poids, par des porosités considérées généralement comme très faibles et par un comportement mécanique particulier de roche incompétentes (plastiques);
- les lithofaciès non halitiques, caractérisés par le fait qu'ils contiennent moins de 10% en poids de halite et qu'ils ont des porosités variables, fortes pour les calcaires et grès, faibles pour les marnes, argilites et bancs d'anhydrite. Par ailleurs, les calcaires, grès et bancs d'anhydrite ont un comportement mécanique de roches compétentes, les marnes et argilites ayant un comportement de roche intermédiaire à incompétente.

Seuls les lithofaciès halitiques sont concernés par notre étude. Ce chapitre a pour objectif de faire une synthèse pétrographique et microstructurale des faciès observés.

#### 2.2. LES FACIES DE SEL LAITEUX ET LIMPID

##### 2.2.1. Caractéristiques macroscopiques

###### Le faciès de sel laiteux et hyperlaiteux

C'est l'un des deux faciès les mieux représentés, il est constitué de sel quasiment pur comportant une forte proportion de halite riche en inclusions fluides lui donnant un aspect laiteux qui en fait sa principale caractéristique pétrographique.

L'examen des carottes (Planche 2.1) montre que ce type de sel se présente en niveaux d'épaisseurs moyennes comprises entre 1 et 10 cm qui correspondent à des séquences élémentaires de sédimentation halitique. A l'origine, c'est un sel dit "d'eau libre" formé par évaporation d'une saumure sursaturée dans la masse d'eau. Les séquences sont généralement superposées sur des épaisseurs allant de quelques décimètres à plusieurs mètres mais elles peuvent être parfois isolées. Elles ont une grande extension latérale dans le gisement. Les limites de séquence sont des limites d'arrêt de sédimentation qui peuvent ne pas être très marquées avec le passage d'une séquence à l'autre visible uniquement par des changements de texture à la base et au sommet, ou par un petit liseré millimétrique.

**Planche 2.1: Clichés photographiques des tronçons de carotte des faciès de sel laiteux, limpide et hyalin**

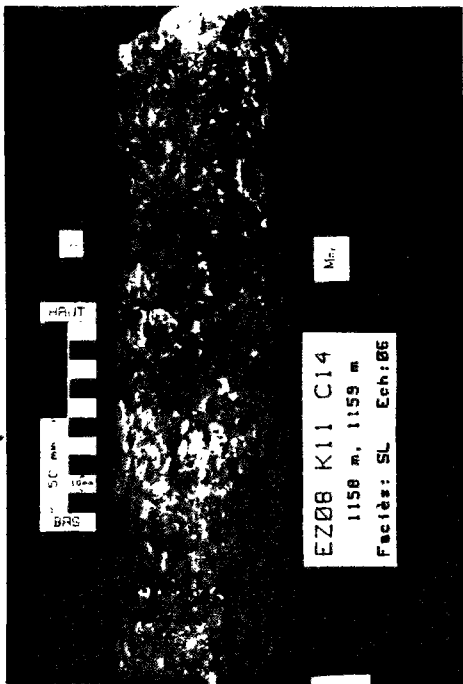
Clichés a,b - Tronçons de carotte montrant la superposition de séquences centimétriques à décimétriques de sel laiteux avec passage des séquences marqué soit par un fin liseré non halitique, soit par une augmentation du nombre des cristaux de halite limpide (sombre).

Clichés c,d - Tronçons de carotte montrant la superposition de séquences centimétrique à décimétrique de sel laiteux séparées par des joints de sédimentation carbonato-sulfatés.

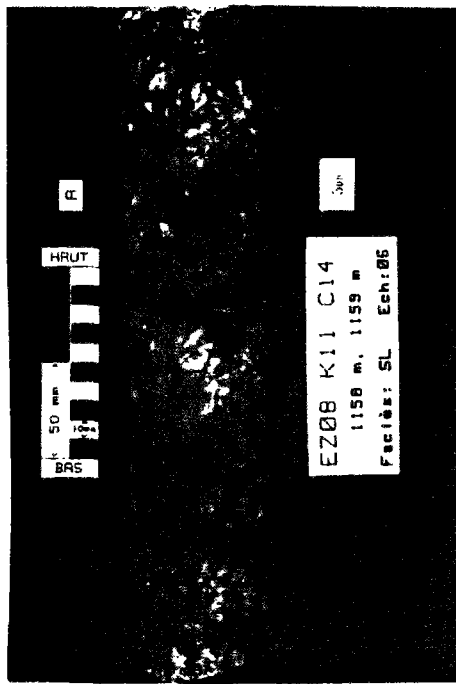
Clichés e,f - Tronçons de carotte montrant deux passées de sel limpide ne contenant que très peu de halite laiteuse.

Cliché g - Tronçons de carotte montrant un macrocristal de halite hyaline.

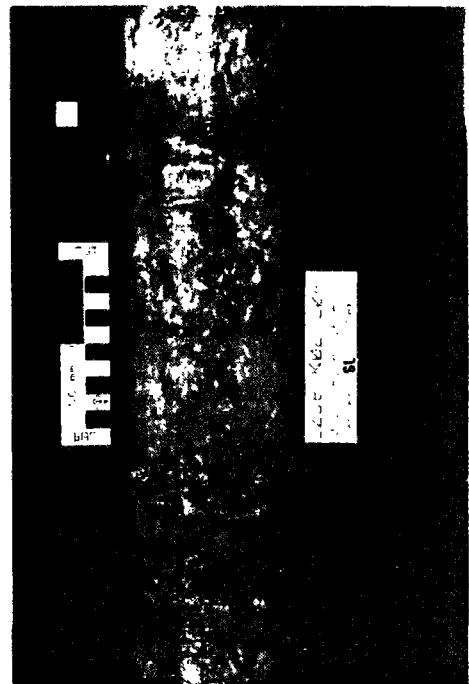
Cliché h - Lamme épaisse de sel laiteux montrant la répartition en gerbes des cristaux de halite laiteuse riches en inclusions fluides.



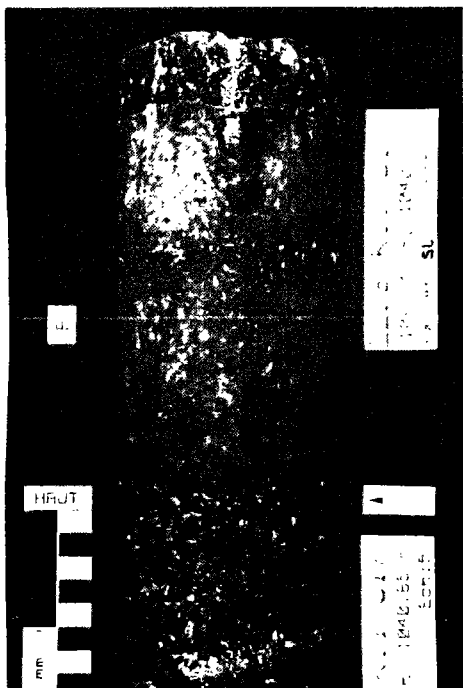
cliché a



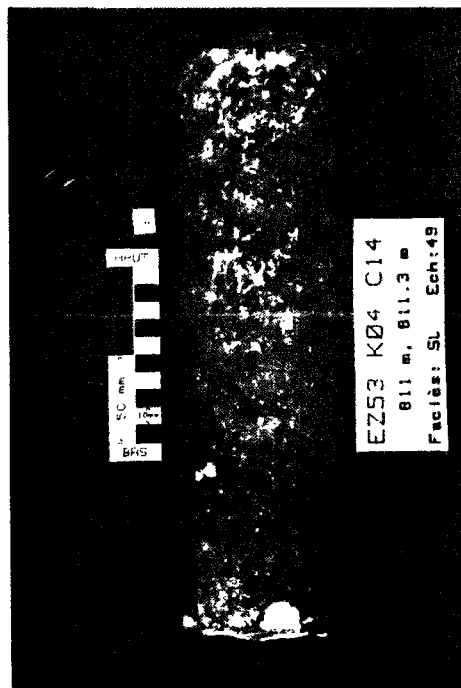
cliché b



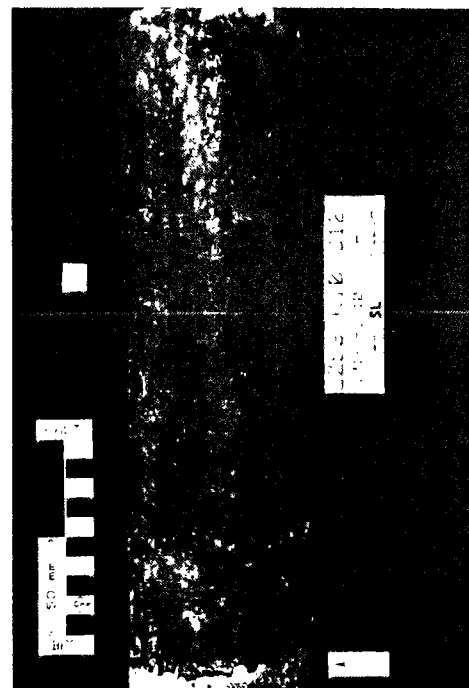
cliché c



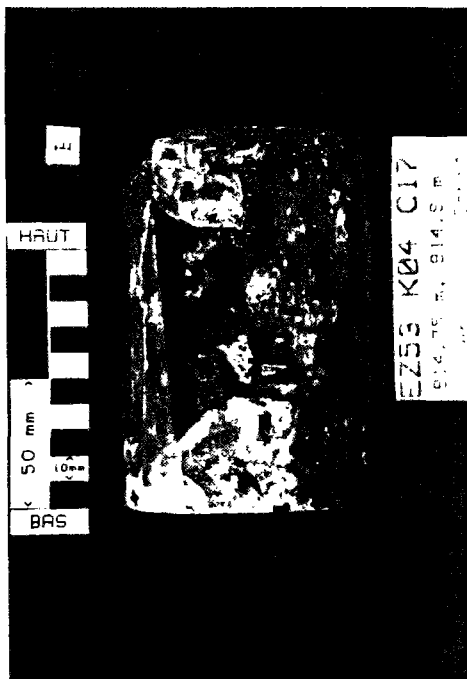
cliché d



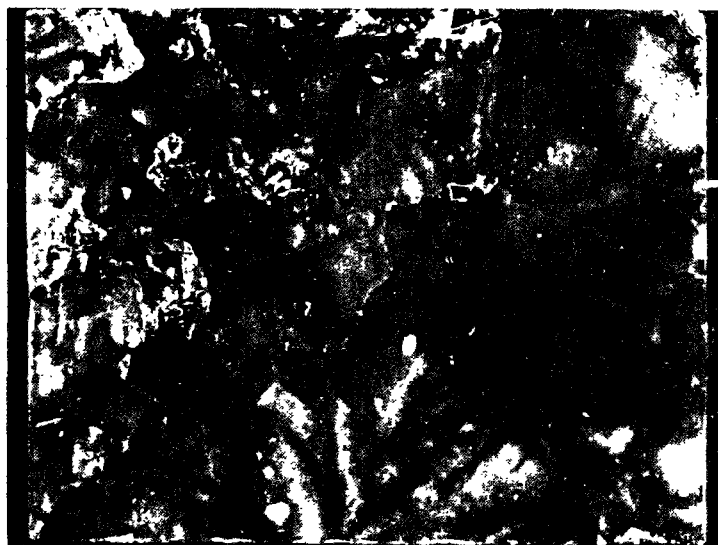
cliché e



cliché f



cliché g



cliché h

1 cm

**Planche 2.2: Section de halite laiteuse et de halite limpide observées en lames minces au microscope optique en lumière transmise.**

- Cliché a - Grain de halite très laiteux en chevron (sombre), la halite limpide syntaxique (blancs, HLS) est peu importante.
- Cliché b - Grain de halite laiteux en chevron "corrodé", la halite syntaxique est plus importante que dans le grain précédent.
- Cliché c - Grain de halite peu laiteux en chevrons tronqués, associé à des grains de halite limpide de remplissage (HLR); la halite limpide syntaxique est importante.
- Cliché d - Grain de halite laiteux constitué de trémies associées en "radeaux" (R) et de cornets (C).
- Cliché e - Grain de halite peu laiteux contenant une trémie corrodée.
- Cliché f - Matière organique en inclusion dans la halite limpide des faciès de sel laiteux.
- Cliché g - Grain de halite laiteuse contenant un cornet tronqué et rempli de halite limpide syntaxique.
- Cliché h - Lame mince observée en lumière polarisée-analysée, montrant des cristaux de calcite et d'anhydrite (blancs) présents dans les joints de grains des cristaux de halite (sombre).



cliché a 1mm



cliché b 1mm



cliché c 1mm



cliché d 1mm



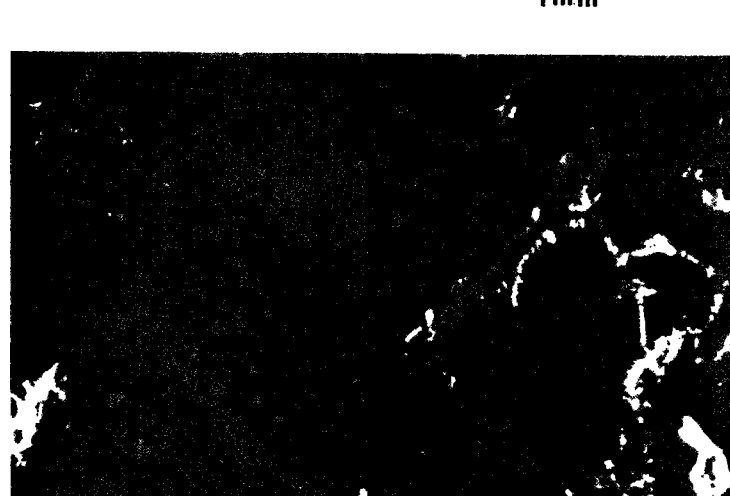
cliché e 1mm



cliché f 1mm



cliché g 1mm



cliché h 1mm

Parfois cependant, elles peuvent être marquées par de véritables joints de sédimentation carbonato-sulfatés ou carbonato-argileux plus ou moins épais.

### Le faciès de sel limpide ou peu laiteux

C'est un faciès qui n'a pas été observé très fréquemment dans les sondages. Il est constitué essentiellement de cristaux millimétriques à centimétriques de halite limpide (sans inclusions fluides). Ce faciès est en fait un cas extrême. Il provient de remplissages, lors d'une diagenèse précoce, de cavités de dissolution de séquences de sel laiteux, la halite laiteuse ne subsistant que sous forme de reliques. Il n'y a généralement pas conservation de la structure de séquence sédimentaire décimétrique du sel laiteux.

## 2.2.2. Composition minéralogique et proportion des différents constituants

### Analyses minéralogiques

Les analyses ont été effectuées par diffractométrie des R.X., afin de compléter les observations au microscope optique des lames minces et des lames épaisses.

Ces analyses et observations de différents échantillons des deux faciès indiquent une composition presque exclusivement halitique en cristaux de taille millimétrique à centimétrique, avec cependant en très faibles proportions de nombreux autres minéraux de taille beaucoup plus petite (micrométrique) tel que l'anhydrite, la calcite, la dolomite, le quartz, la célestite et des argiles (figure 2.1). Il est à noter que certains diagrammes de diffraction des R.X. ont présenté des traces de gypse mais que ce minéral n'a jamais été observé au microscope. Il est probable qu'il provient de l'hydratation de l'anhydrite lors des manipulations ou du stockage des échantillons ou bien lors de la dissolution de la halite de l'échantillon pour identifier et quantifier ces minéraux non halitiques.

Ces minéraux non halitiques (ou encore "insolubles" par rapport à la halite) sont distribués le plus fréquemment dans les joints de grains de halite ou plus rarement en inclusions solides dans les cristaux de halite (cliché h, planche 2.2).

### Proportions des différents constituants

Quatre constituants principaux ont été déterminés dans ces faciès :

- la halite, constituant prédominant;
- les minéraux non halitiques micrométriques;
- des inclusions fluides liquides et gazeuses;
- de la matière organique.

Les proportions de halite (contenant les inclusions fluides) et des minéraux non-halitiques ont été mesurées sur différents échantillons par dissolution de la halite dans de l'eau déminéralisée et pesée des résidus. Des

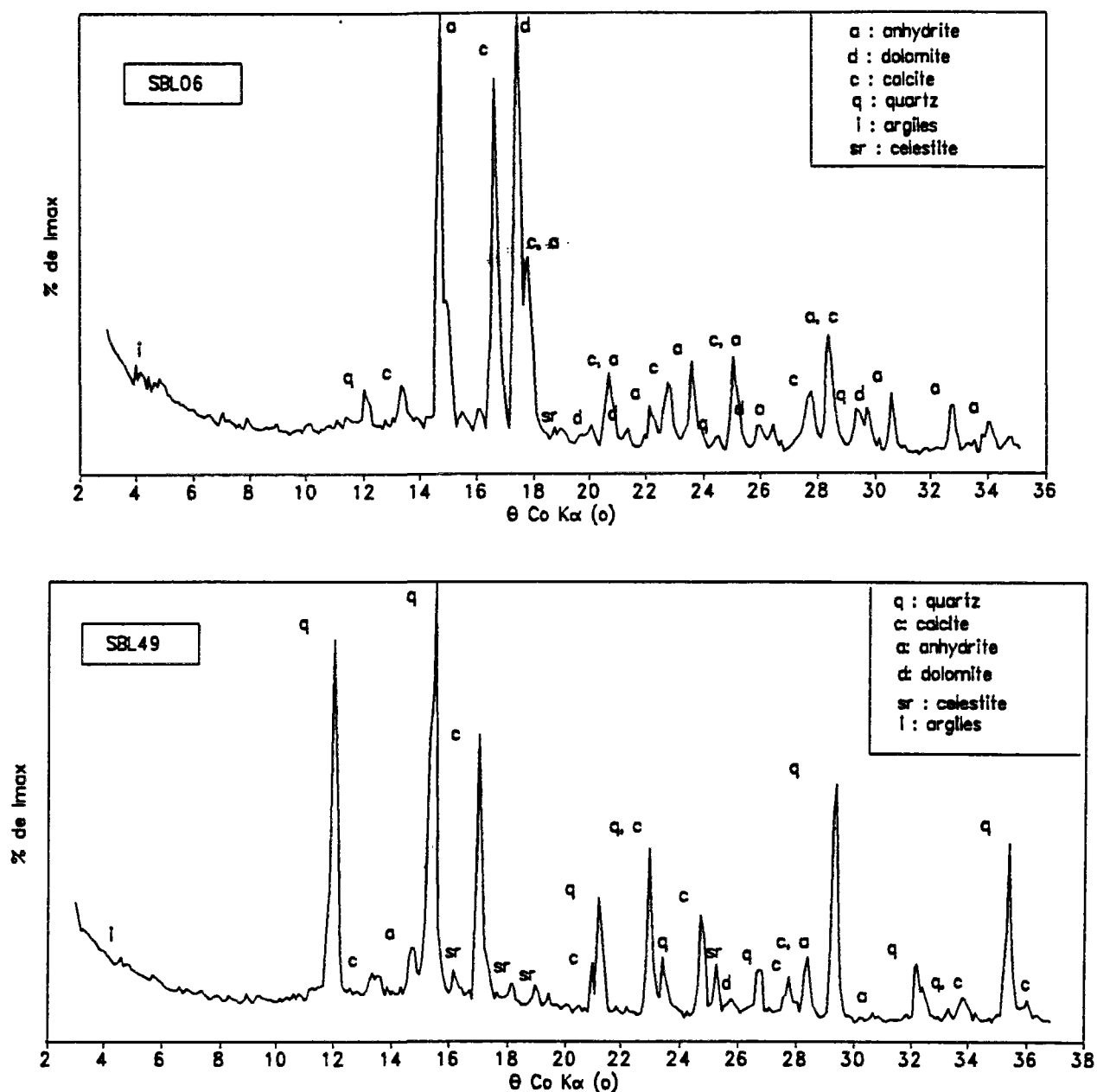


Figure 2.1: Diffractogrammes de R.X. des résidus de dissolution d'échantillons de sel laiteux (SBL06) et de sel limpide (SBL49).

corrections mineures ont été nécessaires pour tenir compte de la solubilité de l'anhydrite (2 g/litre).

Les résultats montrent que les teneurs en minéraux non-halitiques sont faibles à très faibles, de l'ordre de 0,1 à 1% en moyenne si on ne prend pas en compte les limites de séquence plus riches en minéraux non halitiques. Si on en tient compte, c'est à dire si on estime la proportion de minéraux insolubles sur un ensemble de séquences superposées, elle peut alors augmenter jusqu'à 5% dans le cas de joints de sédimentation épais.

Les teneurs en inclusions fluides ne sont pas négligeables notamment pour les faciès de sel laiteux. Elles feront l'objet d'une quantification par des



techniques particulières lors du chapitre 4 qui leur est consacré. Les proportions de matières organiques solides (cliché f, planche 2.2) sont faibles, inférieures à 0,1%.

### **2.2.3. Les différents types de halite et leur microstructure**

#### **Halite laiteuse et halite limpide**

La cinétique et le mode de croissance des cristaux de halite lors de la phase de sédimentation ou lors de la diagenèse vont induire le développement ou l'absence d'inclusions fluides à l'intérieur de la halite. Ceci est à l'origine de deux grands types de halite (les mécanismes seront détaillés au chapitre 4) :

- la halite dite "laiteuse" d'aspect macroscopique blanchâtre qui correspond à une croissance rapide des cristaux contenant une très grande densité d'inclusions fluides intracristallines
- la halite dite "limpide" car elle est transparente, qui résulte d'une croissance lente des cristaux et contient peu d'inclusions fluides.

La halite laiteuse se présente sous des formes dites de "chevrons", "cornets" ou "trémies" (Roedder 1984, Moretto 1987) qui prennent naissance dans la lagune à la surface ou au fond de la saumure sursaturée. Les grains ainsi formés sont marqués par des zones régulières de croissance soulignées par des densités variables d'inclusions fluides. La halite laiteuse a un aspect sombre (gris à noir) sur les clichés photographiques de lames mince et un aspect blanc sur les clichés de lames épaisses (du fait de l'éclairage), la halite limpide correspond à l'aspect inverse respectivement clair et sombre sur ces mêmes clichés (planches 2.1 et 2.2).

Cette distinction de croissance de halite marquée par la présence ou l'absence de ces chevrons, cornets ou trémies est très importante car elle peut être utilisée comme marqueur de l'évolution sédimentologique, diagénétique et tectonique de ces faciès.

#### **Les différents types de grains de halite**

Un grain de halite est un volume de halite laiteuse ou limpide montrant une continuité du réseau cristallin et pour lequel on peut définir une orientation cristallographique. Ce grain est séparé des autres grains d'orientation différente par des "joints de grains" (ou limites de grains lorsque l'on observe ces cristaux en lame mince).

On peut distinguer plusieurs types de joints de grains suivant qu'ils résultent de la croissance de la halite lors de la sédimentation, lors de la diagenèse, mais aussi de recristallisations lors de l'enfouissement.

#### **Les grains de halite très laiteux : (cliché a,b,d,g planche 2.2)**

Ce sont des cristaux xénomorphes à subautomorphes de halite de taille millimétrique à centimétrique constitués en grande partie par des chevrons, cornets ou trémies formant le coeur du cristal et entourés de halite syntaxique limpide. De nombreux chevrons ou cornets présentent des sortes de

golfes de corrosion ou des trouées remplis ensuite de halite limpide syntaxique. Ces plages de halite limpide correspondent à des zones de dissolution développées lors de la sédimentation. Les matériaux possédaient alors une forte porosité dans laquelle est venue précipiter de la halite limpide qui a cristallisé en syntaxie vis à vis de chaque chevron ou cornet.

**Les grains de halite peu laiteux :** (cliché c,e planche 2.2)

Ce sont des cristaux du même type que les précédents mais dans lesquels la halite laiteuse ne subsiste que sous forme de relique du fait de dissolutions importantes. La halite limpide syntaxique de remplissage occupe alors une part prépondérante du grain.

**Les grains de halite limpide :** (cliché c, HLR, planche 2.2)

Ce sont des cristaux xénomorphes à subautomorphes, de taille variable millimétrique à centimétrique. Ils sont généralement regroupés mais peuvent être parfois isolés entre les grains de halite laiteuse. Ils proviennent de remplissage de porosité liée à des dissolutions et sont orientés différemment des cristaux de halite laiteuse.

#### **2.2.4. Organisation texturale des grains de halite formant les séquences de sel laiteux et limpide**

Une analyse texturale sommaire a été effectuée par l'observation de grandes lames minces (4 x 5 cm) parallèles et perpendiculaires au plan de stratification. Les observations ont été effectuées à partir de répliques des contours des grains en deux dimensions, obtenues d'après des clichés macrophotographiques de ces lames minces au grossissement x4.

Pour être visibles, les joints de grains ont été ouverts par chocs thermiques à l'aide d'un jet d'acétone sur le verre de la lame mince. Cette technique s'est avérée nécessaire du fait de la transparence des grains de halite qui empêche une bonne observation des joints de grains fermés. Les répliques ont été obtenues à partir des clichés photographiques et non directement par film kodatrace (méthode classique) car les clichés permettent de connaître le type de halite laiteuse ou limpide formant les grains ainsi que leur orientation cristallographique (à l'aide des inclusions fluides cubiques et des clivages).

Les textures observées peuvent être regroupées en trois types principaux constituant l'ensemble de la lame mince ou une partie seulement. Ces textures sont représentées sur la figure 2.2.

Un premier type (I) correspond à un agencement de grains de taille millimétrique à centimétrique, à formes xénomorphes et allongées. Ils sont orientés verticalement par rapport au plan de stratification et souvent en éventail. On peut observer une orientation préférentielle verticale des direction  $\{111\}$  ou  $\{110\}$ . Ce type de texture est représenté sur la figure 2.2 par la réplique a. Ces agencements sont constitués de chevrons ou cornets donnant une répartition en gerbes que l'on peut observer sur les clichés a et c de la planche 2.3.

Un deuxième type (II) correspond à un agencement de grains de taille plus petite (1 mm à 0,5 cm en moyenne) de formes parfois rectangulaires avec une orientation quelconque. Les directions {100} des grains sont plus ou moins perpendiculaires ou parallèles au plan de stratification. Ces textures sont représentées sur les répliques b et c en partie et sur la réplique d (lame parallèle à la stratification) de la figure 2.2. Ce sont des agencements de type "détritique" qui correspondent à des accumulations de morceaux de trémies isolés ou en "radeau" et de chevrons et cornets lors de la phase d'assèchement de la lagune (clichés b,f planche 2.3).

Un troisième type de texture (III) correspond à un agencement de grands cristaux (1 cm en moyenne) xénomorphes et souvent à contours indented d'orientation quelconque. Les directions {100} des grains n'ont pas d'orientation préférentielle. Ces agencements représentent les zones de dissolution formant la base et le sommet de certaines séquences ainsi que les zones en "doigts de gant" ou en colonnes verticales qui traversent tout ou une partie seulement des séquences (clichés d,e planche 2.3 et cliché e figure 2.2).

### **2.3. LES FACIES DE SEL PHENOBLASTIQUE ET MIXTE**

#### **2.3.1. Caractéristiques macroscopiques**

##### **Le sel phénoblastique**

Ce type de faciès est le plus répandu dans les faciès halitiques (planche 2.4). Sa principale caractéristique est sa grande variabilité de texture et de composition minéralogique.

Les séquences de sel phénoblastique sont en moyenne plus épaisses que les séquences de sel laiteux ou limpide. Les séquences d'épaisseur inférieure à 20 cm sont rares, par contre, la plupart des séquences sont métriques à plurimétriques et possèdent une grande extension latérale.

Le sel phénoblastique s'est formé par évaporation d'une saumure sursaturée au sein d'un sédiment carbonaté, sulfaté ou argileux. Les cristaux de halite s'accroissent à partir de nucléus en repoussant le sédiment plus ou moins meuble et en provoquant un dilacèremment des lamines carbonato-sulfatées ou carbonato-argileuses. Ces cristaux sont généralement automorphes à subautomorphes de taille centimétrique ou même dans certains cas formant des agrégats de polycristaux de halite limpide xénomorphe. (lorsque tout le sédiment est repoussé).

La stratification originelle des sédiments en lamines à pratiquement disparu mais il reste cependant certaines intercalations de sédiments en lits déformés (clichés e,g,h planche 2.4). Les limites de séquences sont soit diffuses avec des passages progressifs au sel laiteux, au sel limpide ou à un faciès non halitique, soit nettes avec des surfaces de discontinuité irrégulières.

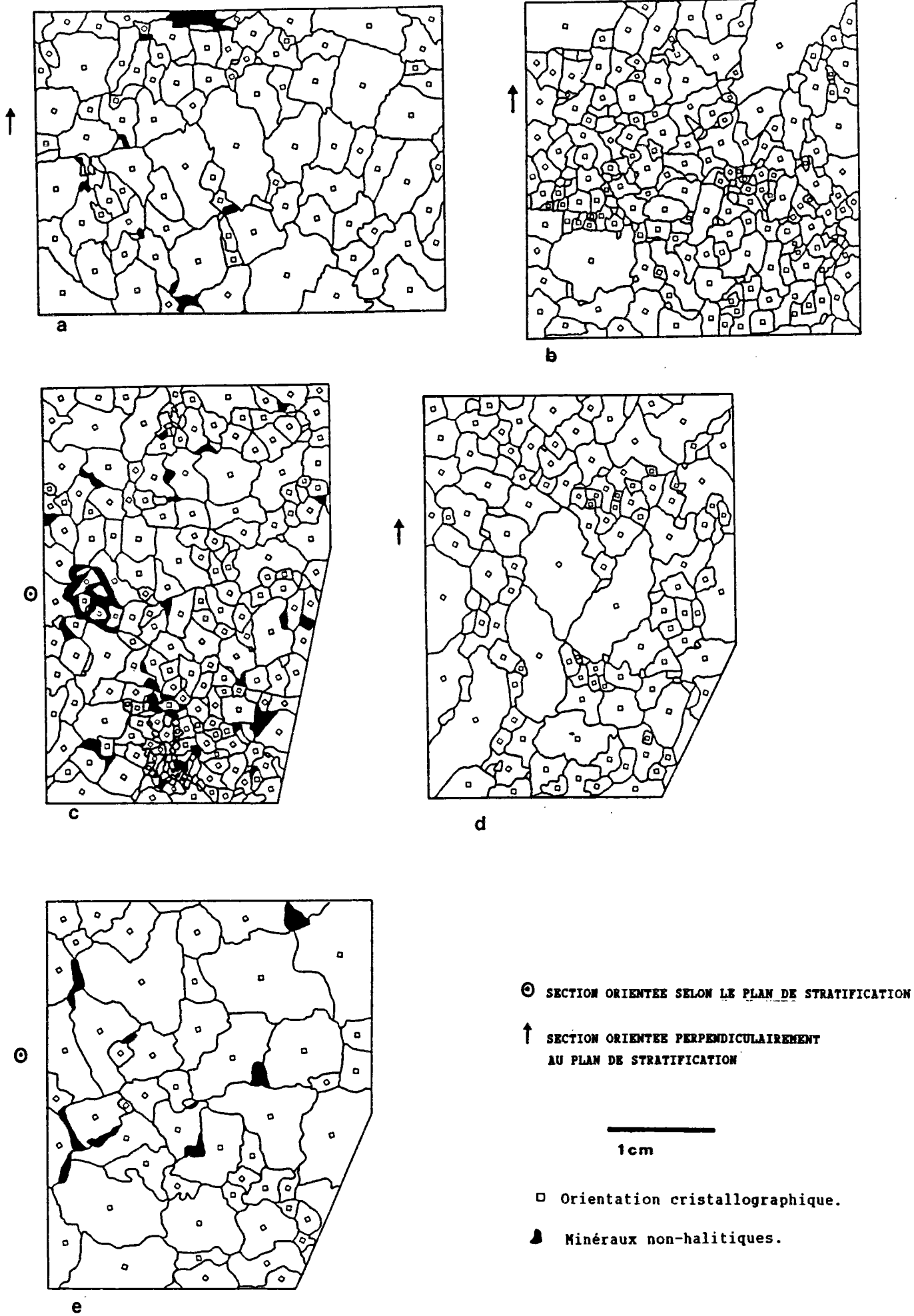


FIGURE 2.2 - REPLIQUES DES TEXTURES EN LAME MINCE DES ECHANTILLONS DE SEL LAITEUX.

**Planche 2.3: Clichés photographiques montrant les textures  
d'échantillons de sel laiteux et de sel limpide en  
lames minces.**

Cliché a - Section de sel très laiteux (texture de type I).

Cliché b - Section de sel laiteux (texture de type II).

Cliché c - Section de sel peu laiteux (texture de type I).

Cliché d - Section de sel limpide (texture de type III).

Cliché e - Section de sel laiteux à remplissage de halite limpide lors de la  
sédimentation (texture de type III et II).

Cliché f - Section de sel laiteux (texture de type II).



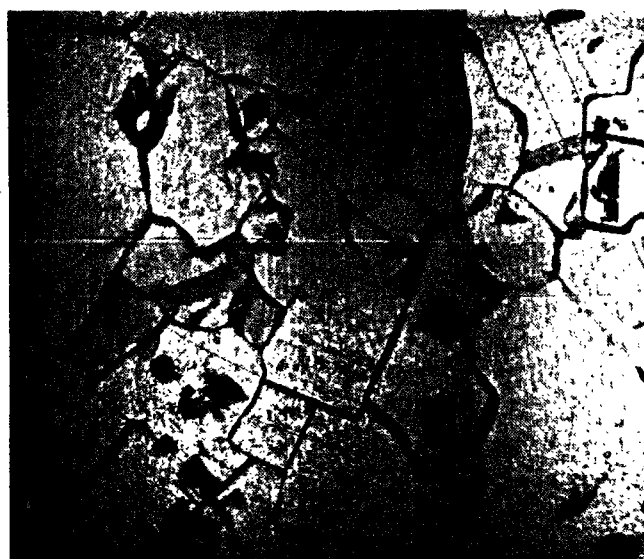
cliché a



cliché b



cliché c



cliché d



cliché e



cliché f

1cm

Macroscopiquement, on peut observer trois phases distinctes :

- des grains de halite limpide, automorphes à subautomorphes centimétriques à pluricentimétriques que l'on appelle des phénoblastes;
- une phase de nature carbonato-sulfatée ou carbonato-argileuse que l'on peut qualifier de "matrice" distribuée en plages géométriques centimétriques ou en liserés millimétriques entre les phénoblastes;
- une phase constituée de sphéroïdes blancs bleutés de taille millimétrique à centimétrique qui sont des nodules d'anhydrite.

#### Le faciès de sel mixte laiteux/phénoblastique

Ce lithofaciès nettement moins abondant que le précédent mais non négligeable dans les sondages examinés correspond à un faciès de mélange de sel laiteux et de sel phénoblastique à constituants de taille millimétrique à centimétrique. Il correspond du point de vue de la sédimentation à des zones de transition entre le dépôt de sel laiteux dans la masse d'eau et le dépôt du sel phénoblastique dans le sédiment sous-jacent. Ce mélange est dû aux dissolutions précoces de grande ampleur des séquences de sel laiteux dans la lagune (lors des phases d'ennoiement par exemple) et à leur remplissage par une phase de sel phénoblastique à petits cristaux (de taille de 0,5 à 1 cm).

Ce lithofaciès de sel mixte se présente en bancs pluridécimétriques conservant dans certains cas le caractère de séquences décimétriques du sel laiteux mais en étant fréquemment tronqué. Les limites de ces bancs sont soit nettes avec des surfaces de discontinuité subhorizontales ou des joints de sédimentation non-halitiques, soit diffuses sans discontinuité.

### 2.3.2. Composition minéralogique et proportion des différents constituants

#### Analyses minéralogiques

les analyses par diffraction des R.X. ont été effectuées sur les résidus de dissolution de la roche. Des exemples caractéristiques sont présentés par la figure 2.3. Ces analyses concernent donc les minéraux constituant la matrice, les nodules d'anhydrite et les minéraux en inclusions solides dans les phénoblastes ou dans les joints de grains.

Les espèces minérales présentes dans ce faciès sont identiques à celles des faciès de sel laiteux et limpide mais sont présentes en plus grandes quantités. De plus une certaine diversité de minéraux argileux a pu être mise en évidence (illite, chlorite, kaolinite, interstratifiés).

#### Proportion des différents constituants

la variabilité minéralogique et texturale de ces différents types de faciès de sel phénoblastique est essentiellement contrôlée par les proportions que peuvent prendre les différents constituants macroscopiques et microscopiques :

- la proportion de halite dans l'échantillon (phénoblastes et halite d'imprégnation dans la matrice);

- la proportion des nodules d'anhydrite;
- la proportion des minéraux argileux, carbonatés et sulfatés constituant la matrice entre les phénoblastes.

L'estimation quantitative de ces proportions est délicate, car pour être représentative par rapport à la taille et la répartition des constituants, des broyages et des dissolutions doivent être effectués sur de gros volumes d'échantillons (environ 70 cm<sup>3</sup>) ce qui réduit considérablement le stock d'échantillons disponibles.

Compte tenu de ce problème, notre démarche a été d'estimer ces proportions à partir d'observations directes de l'ensemble des tronçons de carottes sélectionnés ainsi que sur des observations au microscope optique de lames minces et de lames épaisses (5 mm) de grande taille (5 x 4 cm) réalisées sur un nombre réduit d'échantillons représentatifs. Les estimations des proportions des différents constituants ont été réalisées à partir de chartes visuelles. Certains échantillons ont été dissous pour l'analyse des résidus.

Les proportions de halite obtenues en faisant la somme des proportions des phénoblastes (60 à 70% vol.) et de la halite en imprégnation de matrice vont de 60% vol. à 90% vol. Pour la moyenne des échantillons, la teneur en halite a été estimée à environ 80% poids.

Certains échantillons et notamment ceux dont la matrice est argileuse sont dépourvus de nodules d'anhydrite. Pour les échantillons les plus riches en nodules (cliché c planche 2.4), le pourcentage volumique ne doit pas dépasser 15%, les teneurs moyennes sont de l'ordre de 5% poids.

Les proportions de minéraux non halitiques constituant la matrice varient entre 10 et 40% poids, avec une moyenne de l'ordre de 20% poids. La phase carbonato-sulfatée est présente en plus ou moins grande proportion dans tous les échantillons de sel phénoblastique constituant une matrice d'aspect macroscopique beige à brun (planche 2.4).

Dans certains faciès, la proportion d'argiles peut atteindre 25% poids des minéraux non halitiques, dans ce cas le mélange des deux phases constitue la matrice carbonato-argileuse d'aspect macroscopique verdâtre.

Les observations effectuées tendent à montrer que ces faciès ne semblent contenir que très peu d'hydrocarbures que ce soit sous forme de gaz, de liquides ou sous forme de matière organique peu évoluée.

### 2.3.3. Agencement textural des différents constituants

#### Agencement à l'échelle macroscopique

##### Le sel phénoblastique

A cette échelle, on distingue les trois constituants principaux : phénoblastes de halite limpide, plages de matrice et nodules d'anhydrite formant des ensembles complémentaires.

La taille des phénoblastes est généralement proportionnelle à celle des plages de matrice.



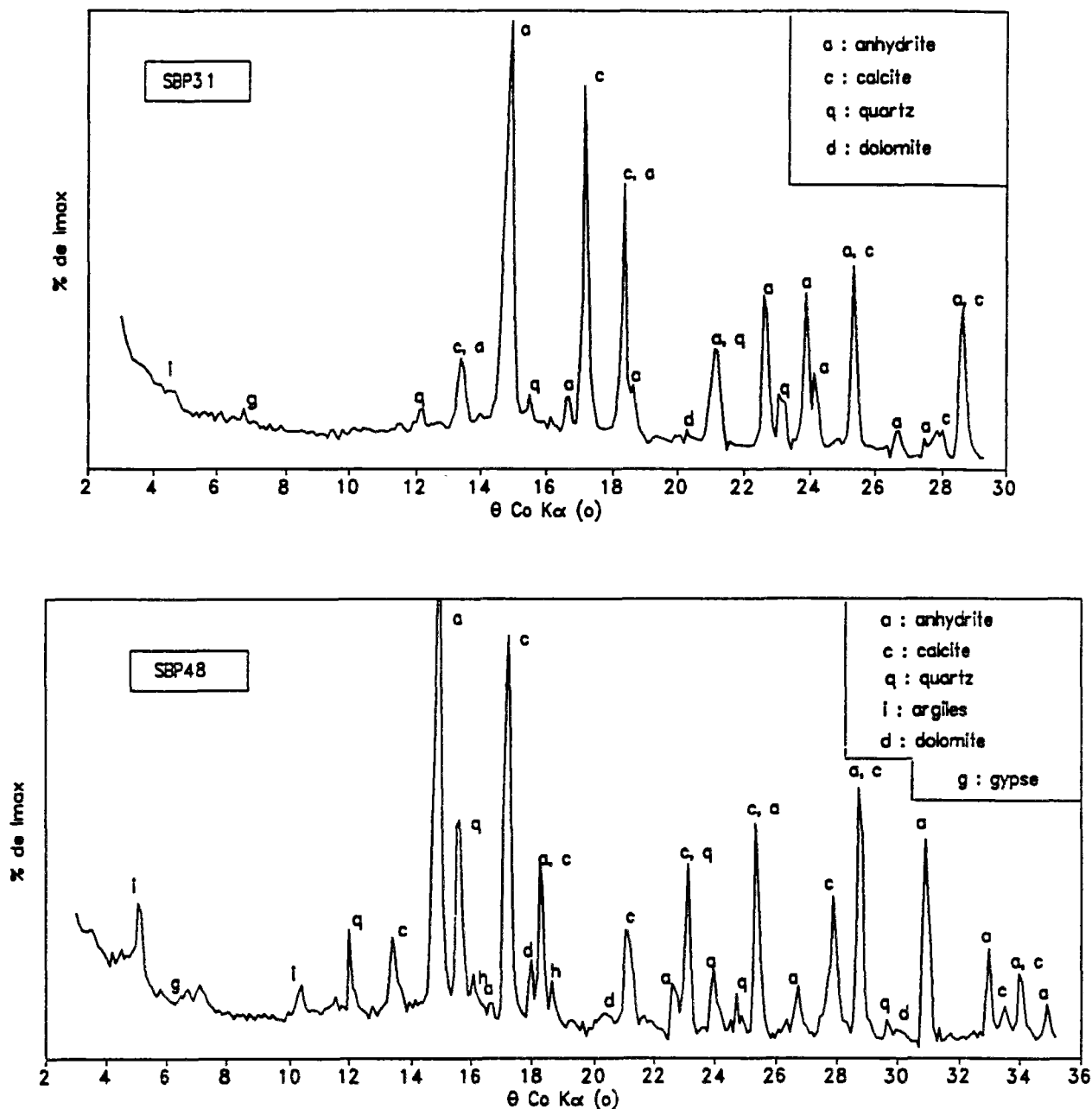


Figure 2.3: Diffractogrammes de R.X. des résidus de dissolution d'échantillons de sel phénoblastique à matrice carbonato-sulfatée à halite d'imprégnation (SBP31) et à matrice carbonato-argileuse (SBP48).

Des textures très hétérogènes sont visibles sur les échantillons représentés sur les clichés c,d,e (planche 2.4) avec dans certains cas une anisotropie des plages de matrice. Celles-ci ont partiellement conservé la stratification originelle plus ou moins déformée. Des échantillons à texture plus homogène tels que ceux représentés sur les clichés a,b,g,h (planche 2.4) sont assez caractéristiques du sel phénoblastique.

Les phénoblastes sont soit accolés les uns aux autres soit isolés et ont tendance à être automorphes à subautomorphes (forme parallélépipédique tendant vers le cube).

Les plages de matrice sont distribuées entre les phénoblastes. Elles présentent des formes géométriques du fait de leur complémentarité avec les phénoblastes. Elles sont soit parallélépipédiques, soit triangulaires (jonctions en triangles de trois phénoblastes et sont généralement reliées par des liserés interphénoblastes plus ou moins épais.

La taille des nodules d'anhydrite peut être très variable, millimétrique à centimétrique et cela au sein même d'un échantillon. Leur forme est généralement arrondie, leur répartition semble aléatoire et ils se placent le plus souvent entre des plages de matrice et des phénoblastes. Ils sont soit isolés, soit coalescents avec des structures déformées (structures entérolithique) donnant des môles mécaniquement très durs.

Certains échantillons comportent une grande quantité de nodules. D'autres, notamment ceux à matrice carbonato-argileuse en contiennent peu ou pas du tout (planche 2.4).

### **Le sel mixte laiteux/phénoblastique**

Pour ce faciès de mélange, deux types de textures peuvent être observés.

Le premier type de texture résulte d'une interdigitation des matériaux de chacun des deux faciès principaux avec des plages entières de sel laiteux entrecoupées (par des dissolutions et remplissages) de plages de sel phénoblastique à petits cristaux (cliché f planche 2.4). Le second type de texture est assez similaire à celle d'un sel phénoblastiques dont la taille des cristaux est petite et dont les phénoblastes contiennent de la halite laiteuse (cliché f planche 2.4).

### **Agencement à l'échelle microscopique**

#### **Nodules d'anhydrite et phénoblastes de halite**

Les nodules d'anhydrite sont constitués exclusivement de cristaux micrométriques d'anhydrite (avec parfois de très rares cristaux de célestite) en forme de baguettes ou de de fibres entrelacées (cliché e planche 2.5).

Les phénoblastes de halite limpide contiennent des inclusions fluides de grande taille (0,1 à 1 mm) ainsi que des inclusions solides sous formes de cristaux micrométriques isolés (anhydrite, calcite, dolomite, quartz) piégés lors de la croissance des phénoblastes.

Dans certains échantillons de sel mixte, le centre des phénoblastes est constitué de halite laiteuse relique caractérisé par des inclusions fluides en amas.

#### **Les plages de matrices**

Les plages de matrice à l'échelle microscopique ont des textures très hétérogènes du fait de la présence en proportions variables de différents minéraux. On peut schématiquement considérer deux types texturaux principaux de matrice :

**Planche 2.4: Clichés photographiques des tronçons de carotte des faciès de sel phénoblastique et mixte.**

Clichés a,b - Sel phénoblastique homogène à matrice carbonato-sulfatée.

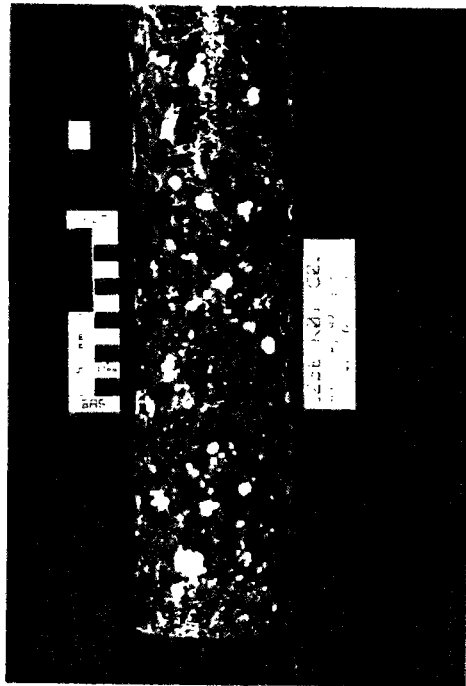
Cliché c - Sel phénoblastique homogène à matrice carbonato-sulfatée montrant une grande quantité de nodules d'anhydrite.

Cliché d - Sel phénoblastique hétérogène à larges plages de matrice carbonato-sulfatée et gros phénoblastes.

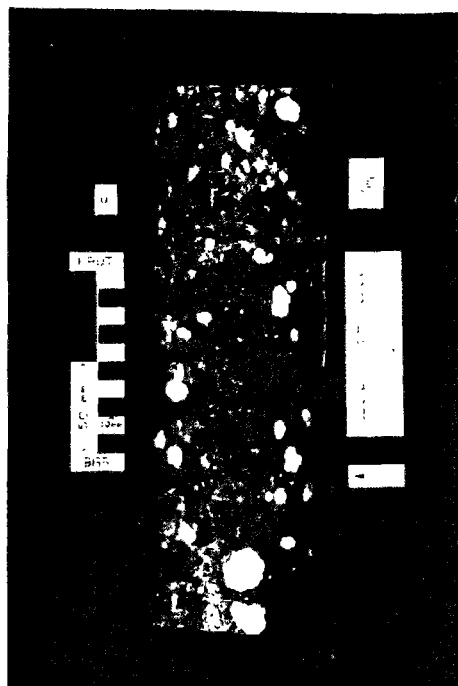
Cliché e - Sel phénoblastique hétérogène à matrice carbonato-sulfatée montrant des litages.

Cliché f - Sel mixte montrant une trame de sel laiteux et des remplissages de sel phénoblastique à petits cristaux.

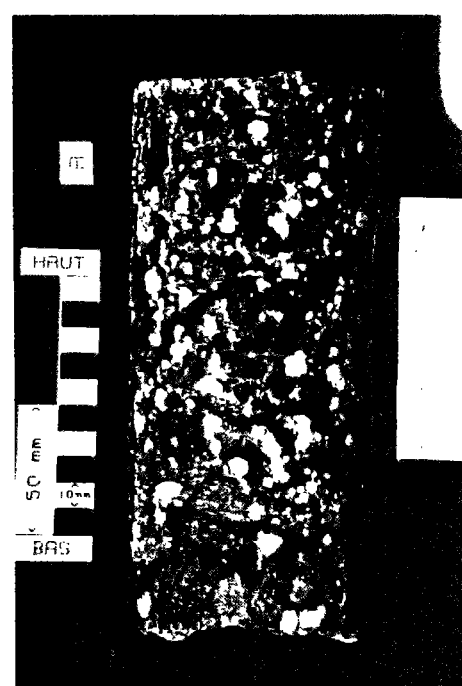
Clichés g,h - Sel phénoblastique à matrice carbonato-argileuse.



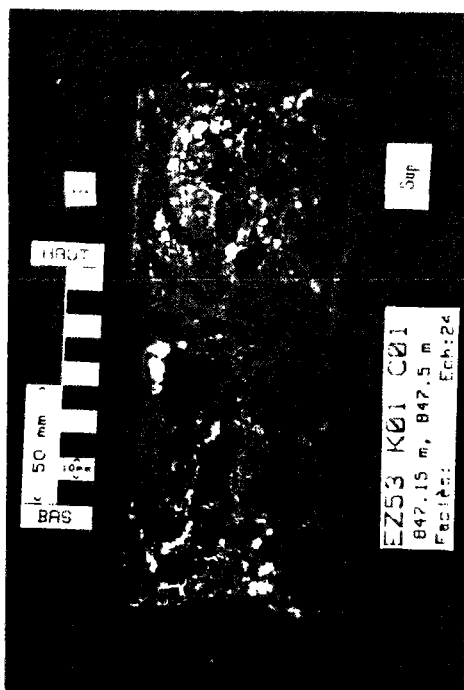
cliché a



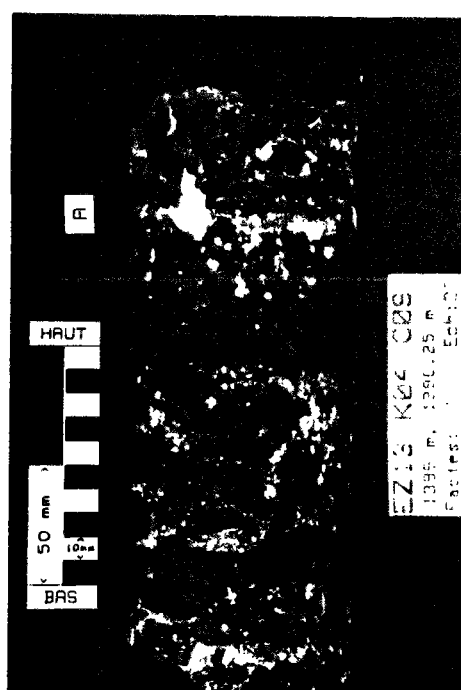
cliché b



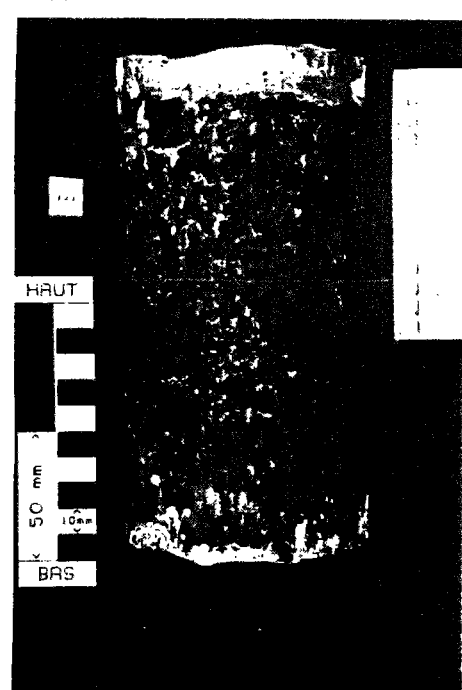
cliché c



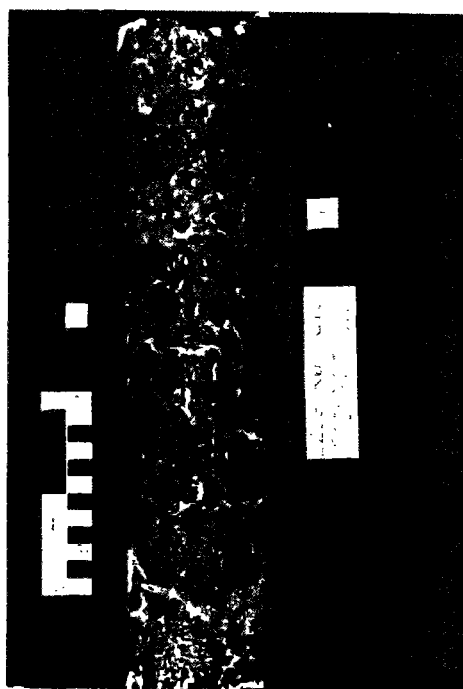
cliché d



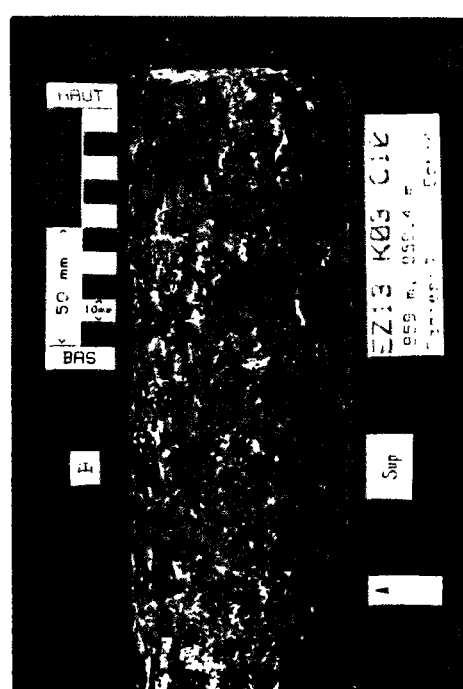
cliché e



cliché f



cliché g



cliché h

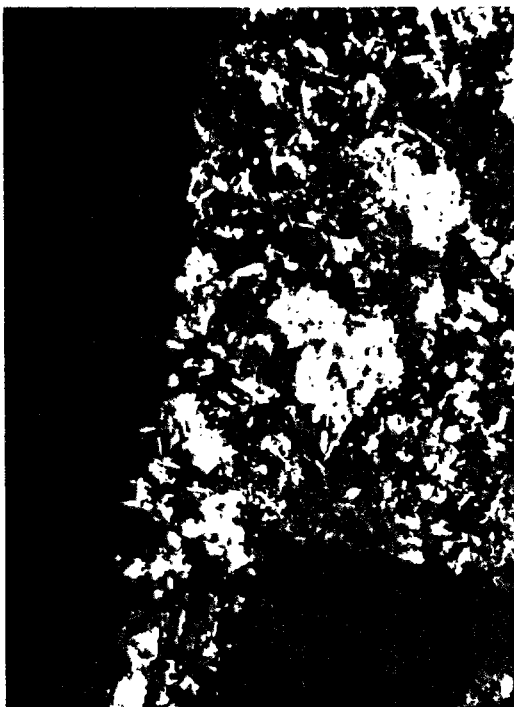
**Planche 2.5:** Clichés photographiques de lames minces pris au microscope en lumière polarisée-analysée montrant des exemples caractéristiques de matrices des faciès de sel phénoblastique.

Clichés a,b - Matrice carbonato-sulfatée à halite d'imprégnation, la halite est en noir, les amas blancs représentent les nodules d'anhydrite (a) et les cristaux micrométriques d'anhydrite ou de sparite, les amas beiges représentent la micrite et la microsparite.

Cliché c - Matrice carbonato-argileuse à anhydrite d'imprégnation.

Cliché d - Matrice carbonato-sulfatée sans halite d'imprégnation.

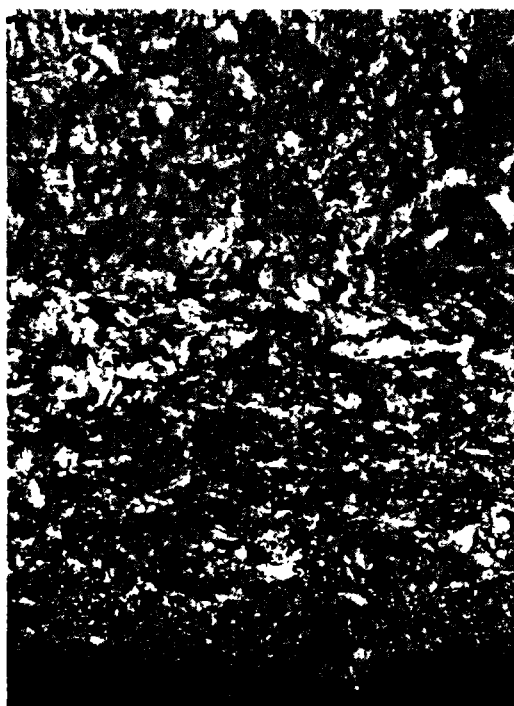
Cliché e - Détail des cristaux d'anhydrite constituant un nodule.



cliché a 1 mm



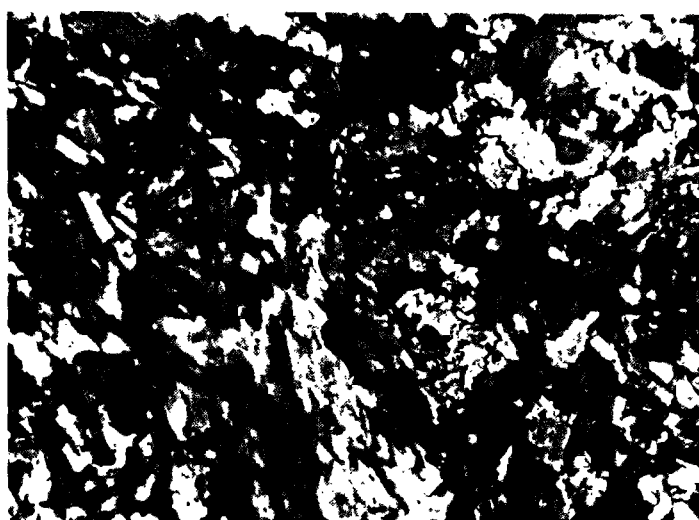
cliché b 100 μm



cliché c 100 μm



cliché d 1 mm



cliché e 50 μm

1) Les matrices carbonato-sulfatées à halite d'imprégnation (clichés a,b planche 2.5). Elles sont constituées essentiellement de batonnets de micrite, d'agrégats de microsparite, de sparite formée de scalénoèdres de calcite ou de rhomboèdres de dolomite, de baguettes d'anhydrite, le tout en cristaux micrométriques plus ou moins espacés et "noyés" dans de la halite d'imprégnation.

Dans certains cas, les minéraux non halitiques constituant le sédiment originel sont regroupés et la halite n'imprégne que certaines parties entre ces agrégats. Cela provient du fait que le sédiment possédait lors de la sédimentation évaporitique, des agrégats plus ou moins compactés. Les phénoblastes ont précipité dans les zones les plus meubles et la halite a précipité localement dans la porosité des agrégats. Ce type de matrice correspond vraisemblablement à un sédiment qui était meuble lors de la sédimentation évaporitique et qui a permis la précipitation de halite en phénoblastes associée à de la halite qui a imprégné le reste du sédiment.

2) Les matrices carbonato-sulfatées ou carbonato-argileuses sans halite d'imprégnation (clichés c,d planche 2.5). Elles ont des textures de roches calcaro-anhydritiques avec les mêmes constituants que précédemment plus les argiles dans certains cas, mais regroupés en agrégats sans halite d'imprégnation. Ce type de matrice correspond à un sédiment originellement meuble qui a été compacté par la croissance des phénoblastes, expulsant la saumure et interdisant la précipitation de halite. Les argiles éventuelles ont probablement facilité la compaction.

Il est à noter que tous les stades intermédiaires entre ces deux pôles texturaux peuvent être observés.

## **2.4. LES FACIES HALITIQUES PARTICULIERS**

### **2.4.1. Les macrocristaux de sel hyalin**

C'est un faciès qui est assez rare dans l'ensemble des sondages examinés. Il est constitué de macrocristaux xénomorphes de sel limpide dont les plus grands peuvent dépasser 15 cm de section (cliché g planche 2.1). Ils sont localisés en intercalation dans des faciès de sel laiteux ou phénoblastique ou bien dans des faciès non halitiques. Les contacts nets entre ces macrocristaux et l'encaissant témoignent de la formation tardive de ce faciès et surtout de sa faible extension latérale qui explique sa faible représentativité parmi l'ensemble des faciès halitiques.

Il s'agit d'un faciès de sel très pur si l'on excepte la présence de quelques rares îlots millimétriques de matériau carbonato-sulfaté. Ces mégacristaux n'ont pas d'orientation préférentielle, ils ont cristallisé librement, probablement dans des cavités de dissolution.

### **2.4.2. Le sel fibreux**

C'est un sel que l'on observe en remplissage de fissures du type "fentes de retrait" notamment dans les bancs calcaires.

Ce faciès est très rare et peu représentatif par rapport aux autres faciès halitiques, il n'est mentionné ici que parce qu'il a un intérêt génétique étant un marqueur de la diagenèse des sédiments et le témoignage de la circulation de fluides dans le gisement.

Les analyses par diffractométrie R.X. montrent que ce sel fibreux est associé à de l'anhydrite et de la calcite en faible quantité.

## 2.5. CONCLUSION

Cette synthèse pétrographique a montré la grande variabilité de texture des différents faciès halitiques et notamment l'importance des inclusions fluides. La distinction en différents "faciès pétrographiques" qui a été réalisée va permettre d'individualiser d'une part des matériaux pouvant avoir des comportements géomécaniques différents et d'autre part des matériaux ayant des porosités et des perméabilités différentes.

Les trois lithofaciès les plus représentés dans la série salifère bressanne sont :

- le faciès de sel laiteux et hyperlaiteux;
  - le faciès de sel limpide ou peu laiteux;
  - le faciès de sel phénoblastique comportant trois types :
    - à matrice carbonato-sulfatée à halite d'imprégnation;
    - à matrice carbonato-sulfatée sans halite d'imprégnation;
    - à matrice carbonato-argileuse sans halite d'imprégnation.
-



## - CHAPITRE 3 -

### ETUDE DE L'ESPACE POREUX ACCESSIBLE DES FACIES HALITIQUES DE LA BRESSE

#### 3.1. INTRODUCTION

Il est nécessaire de bien connaître l'espace poreux accessible des roches salifères de la Bresse in situ afin de comprendre et interpréter les écoulements fluides à travers ces roches. Nous nous sommes intéressés à l'espace poreux des faciès halitiques d'une part car il est moins connu que celui des faciès calcaire, gréseux ou marneux que nous n'étudierons pas et d'autre part, car la mesure de son volume est nécessaire pour l'estimation indirecte des teneurs en saumures qui sera effectuée au chapitre suivant. Cet espace poreux joue également un rôle considérable dans les mécanismes de déformation par dissolution-cristallisation des faciès halitiques (deuxième partie de l'étude).

Dans ce chapitre, seul l'espace poreux à l'échelle des grains de la roche sur des échantillons décomprimés et altérés a été étudié. A partir de cette étude et des mesures effectués en laboratoire, le volume de l'espace poreux in situ des différents faciès sera estimé. Les porosités de fracture ou de fissure pouvant exister ou apparaître seront également estimées.

Pour bien caractériser l'espace poreux des roches halitiques, plusieurs approches nécessaires et complémentaires ont été utilisées :

- l'observation au microscope de cet espace poreux par des techniques originales;
- la détermination de la taille des pores et accès de pores ainsi que leur distribution, par des essais de porosimétrie par injection de mercure;
- la quantification de la porosité accessible des différents faciès par des méthodes originales développées spécifiquement pour ces échantillons à faible porosité.

#### 3.2. ETUDE DE L'ESPACE POREUX DES DIFFERENTS FACIES PAR L'OBSERVATION AU MICROSCOPE

##### 3.2.1. Observation des faciès de sel laiteux et de sel limpide

Ces faciès sont essentiellement constitués de cristaux de halite xénomorphes de taille millimétrique à centimétrique, engrenés les uns dans les autres. L'espace poreux accessible à des fluides (porosité "utile") d'un tel arrangement des cristaux est situé exclusivement dans les joints de grains. Le travail a donc consisté à observer ces joints de grains au microscope optique

et au microscope électronique à balayage. Les observations au microscope optique ont été faites sur des lames épaisses. Les joints de grains d'échantillons de sel recristallisé de dôme ont également été observés à titre de comparaison.

### Observation des joints de grains du sel laiteux et du sel limpides

#### **Description**

Les nombreux clichés photographiques obtenus montrent que les joints de grains des faciès de sel laiteux ou limpide n'ont pas une surface lisse. Ils possèdent des morphologies assez complexes et variées. Plusieurs types principaux ont été individualisés. Les différentes morphologies correspondantes sont visibles sur les planches 3.1 et 3.2. Les clichés photographiques représentent les surfaces de ces joints de grains vues au microscope optique à travers les cristaux de halite transparents.

Les clichés a,b,c (planche 3.1) présentent des joints marqués par des sortes de canaux interconnectés en larges "flaques" irrégulières entourant les surfaces planes qui correspondent aux limites de grains. La forte réflectance de ces canaux semble indiquer que la plupart ne contiennent pas de fluides. L'épaisseur de ces canaux peut être estimée à l'aide du relief optique sur les clichés a et b, elle est de l'ordre de 5  $\mu\text{m}$ .

Les clichés d,e,f (planche 3.1) présentent des canaux du même type et interconnectés, soit en flaques soit en tubes. Leurs formes sont assez géométriques et, leur réflectance faible indique qu'ils contiennent un fluide.

Les clichés g,h,i (planche 3.1) montrent une association de canaux interconnectés plus petits, en flaques ou en tubes avec alignement, ou en inclusions ellipsoïdales plus ou moins allongées (tubes non connectés). Ils semblent vides de saumure à l'exception de certaines flaques.

Les clichés a,b,c (planche 3.2) présentent un type de morphologie de joints différents de ceux décrits précédemment. Ce sont des associations d'inclusions désordonnées de grande taille (50 à 100  $\mu\text{m}$ ) et d'inclusions de petite taille (5 à 10  $\mu\text{m}$ ) apparaissant comme alignées dans certains cas et montrant une interconnexion par un passage mince (clichés c,d,e) peut être dû à la décompression de la roche. La réflectance particulière de ces inclusions est intermédiaire entre celle des canaux vides et celle des canaux remplis, ce qui indique qu'elles contiennent probablement un fluide différent (gaz).

#### **Interprétation**

La morphologie de ces surfaces de joints de grains de halite dépend entièrement des interactions thermodynamiques entre des fluides contenant de l'eau et le réseau cristallin de la halite du fait de la forte solubilité de la halite dans l'eau. L'ornementation des joints de grains est due à des figures de corrosion de la halite. Les morphologies de ces joints dépendent également de la durée des interactions eau-cristal. Les phénomènes aboutissant à ces figures de corrosion particulières sont complexes car les saumures qui en sont responsables ont des origines diverses. La décompression de la roche provoque une augmentation des interconnexions entre les pores, mais du fait de leur morphologie, la plupart de ces pores semblent être reliés in situ.

**Planche 3.1:** Aspect de la surface des joints de grains des faciès de sel laiteux et limpide de la Bresse observés au microscope en lumière transmise sur des lames épaisses.

Cliché a,b,c - Ornementation des surfaces de joint de grain en canaux en flaques (a et b) ou tubulaire (c) interconnectés et à forte réflectance.

Cliché d,e,f - Ornementation des surfaces de joint de grain en canaux en flaques ou tubulaires interconnectés et à faible réflectance.

Cliché g,h,i - Ornementation des surfaces de joint de grain en canaux en flaques et tubes marquant des alignements ou en inclusion.



cliché a ————— 100  $\mu$ m



cliché b ————— 50  $\mu$ m



cliché c ————— 100  $\mu$ m



cliché d ————— 1mm



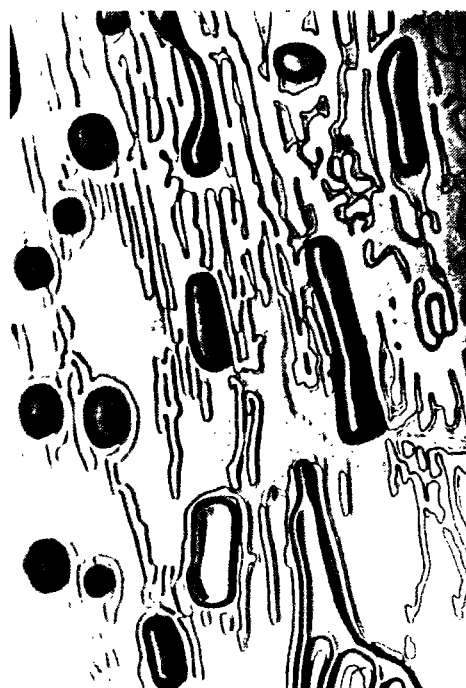
cliché e ————— 100  $\mu$ m



cliché f ————— 100  $\mu$ m



cliché g ————— 100  $\mu$ m



cliché h ————— 100  $\mu$ m



cliché i ————— 100  $\mu$ m

**Planche 3.2:** Clichés photographiques de joints de grains des faciès de sel laiteux et de sel limpide de la Bresse et des faciès de sel recristallisé de dôme, observés au microscope en lumière transmise et au M.E.B.

Clichés a,b,c - joints de grains à très faible ouverture ponctués de cavités en inclusions de tailles variées.

Clichés d,e,f - Clichés au M.E.B. montrant la morphologie typique d'une surface de joints de grains et son ornementations en flaques et en tubes.

Cliché g - Joints de grains ressoudés des faciès de sel recristallisé montrant de petites cavités résiduelles remplies de saumure.



cliché a 100  $\mu$ m



cliché b 100  $\mu$ m



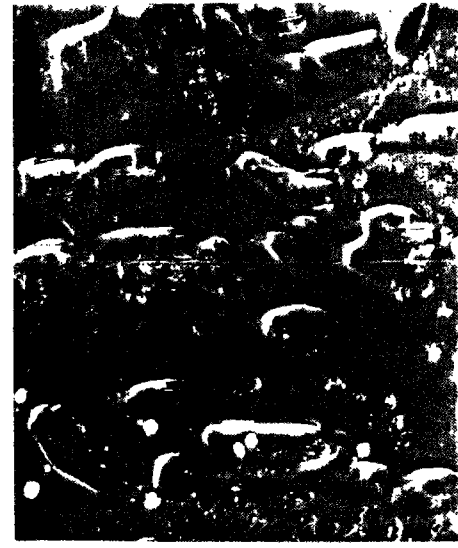
cliché c 100  $\mu$ m



cliché d 100  $\mu$ m



cliché e 50  $\mu$ m



cliché f 100  $\mu$ m



cliché g 100  $\mu$ m

**Planche 3.3: Clichés photographiques pris au M.E.B montrant la porosité des différents types de matrice du sel phénoblastique.**

Clichés a et b - Matrice carbonato-argileuse, agrégats de microsparite montrant une macroporosité.

Cliché c - Matrice carbonato-argileuse, détail de l'assemblage des agrégats de microsparite montrant une microporosité et des feuillets d'argiles.

Cliché d - Matrice carbonato-sulfatée à halite d'imprégnation, agrégats de microsparite cimentés par de la halite.

Cliché e - Matrice carbonato-sulfatée à halite d'imprégnation, bâtonnet de micrite et microsparite entourée de halite d'imprégnation.

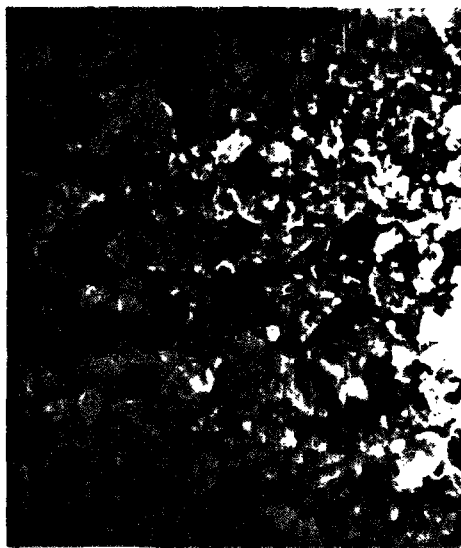
Cliché f - Matrice carbonato-sulfatée à halite d'imprégnation, détail de l'assemblage des agrégats de micrite et de microsparite imprégnés de halite.

Cliché g - Matrice carbonato-argileuse, détail des cristaux de microsparite montrant une microporosité entre les cristaux.

Cliché h - Matrice carbonato-sulfatée à halite d'imprégnation, détail des cristaux de microsparite et de micrite.



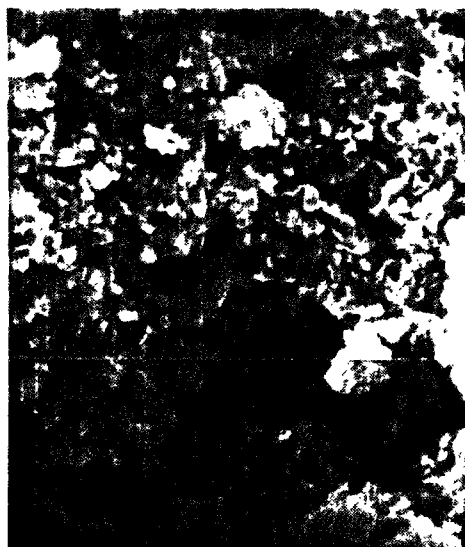
cliché a — 10  $\mu$ m



cliché b — 10  $\mu$ m



cliché c — 5  $\mu$ m



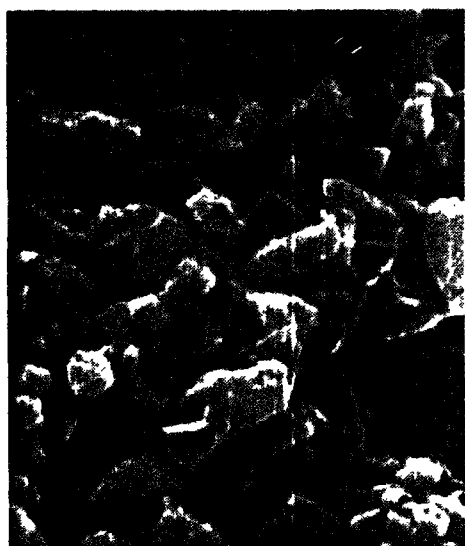
cliché d — 10  $\mu$ m



cliché e — 10  $\mu$ m



cliché f — 5  $\mu$ m



cliché g — 1  $\mu$ m



cliché h — 1  $\mu$ m



### Observation des joints de grains des faciès de sel recristallisé

Les joints sont beaucoup mieux soudés et se présentent sous forme d'inclusions remplies et réparties aléatoirement dans les joints fermés (cliché g planche 3.2). Ils sont proches des joints des clichés a et b mais ont une taille moyenne des inclusions nettement inférieure et ne semblent pas connectés. Les joints ouverts possèdent des canaux assez petits remplis de saumure contractés en gouttelettes sphériques ou tubulaires qui proviennent de la condensation de l'humidité atmosphérique lors de la conservation des échantillons (cliché h planche 4.4, chapitre 4).

### Expérience d'injection de saumures par percolation dans les joints de grains

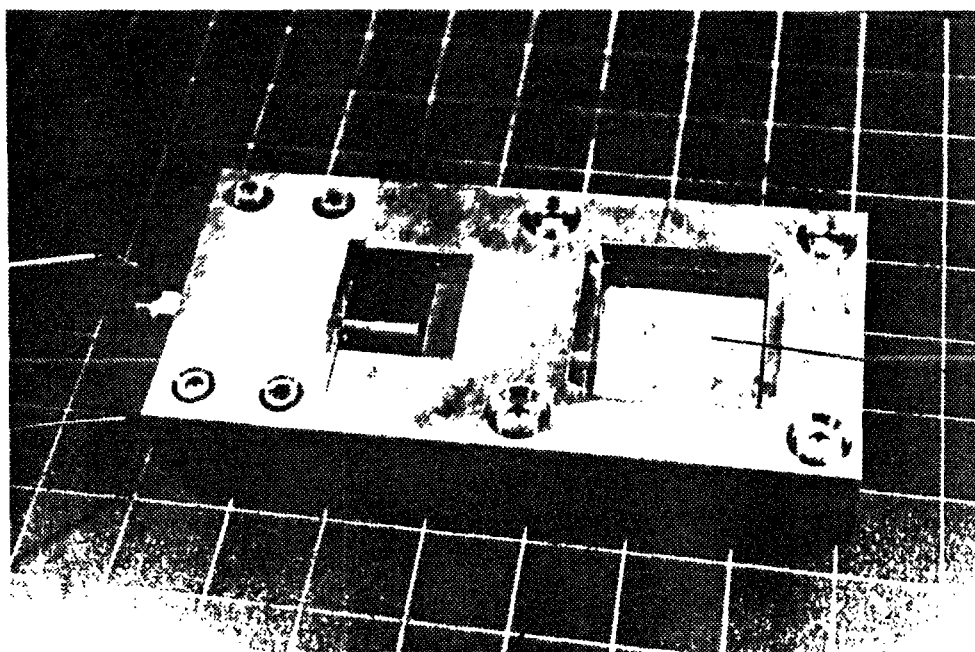
Afin de mieux visualiser les possibilités de connexion entre canaux ainsi que l'infiltration de fluides dans les joints de grains, une technique d'injection de saumures dans les échantillons a été mise au point. Elle consiste à placer une lame épaisse de sel laiteux ou limpide entre les deux lames de verre dans la microcellule de fluage utilisée sans application de contrainte et à température ambiante (planche 3.4) puis à effectuer l'injection de saumure sous la lame (afin de s'affranchir de la gravité) à l'aide d'une seringue passant par un orifice adapté. La saumure est constituée par une solution saturée en halite provenant du broyage et de la dissolution d'échantillons de sel laiteux. Cette saumure va s'infiltrer par capillarité dans les joints de grains, l'infiltration peut être suivie en même temps sous le microscope en plaçant la microcellule sur la platine adaptée.

Cette expérience simple permet de mettre clairement en évidence que la saumure accède facilement aux pores (flaques et tubes) mais en s'infiltrant par un espace situé entre ces figures de corrosion et qui correspond à ce qui paraissait être les contacts entre grains de halite. Il faut noter que certains joints notamment ceux représentés par les clichés a et b (planche 3.2) ne se remplissent pas, ce qui pourrait venir du fait que le passage observé entre grains de halite est obturé aux deux extrémités de la lame. Ceci indique que les saumures et gaz contenus dans ces inclusions sont présents in situ.

### 3.2.2. Observation du sel phénoblastique

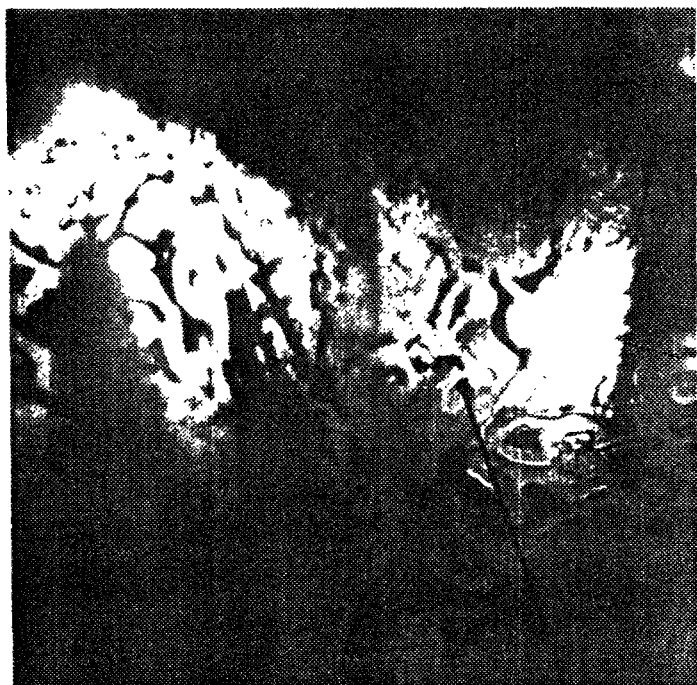
#### Introduction

Dans le chapitre 2, on a montré que ces faciès possèdent une texture très particulière assez complexe pouvant être définie comme hétérogène et dans laquelle se juxtaposent des plages de cristaux millimétriques à centimétriques de halite limpide et des plages de matrice à cristaux micrométriques. Ce grand contraste de taille entre constituants va déterminer une morphologie complexe de l'espace poreux. Deux types de porosités sont à opposer :



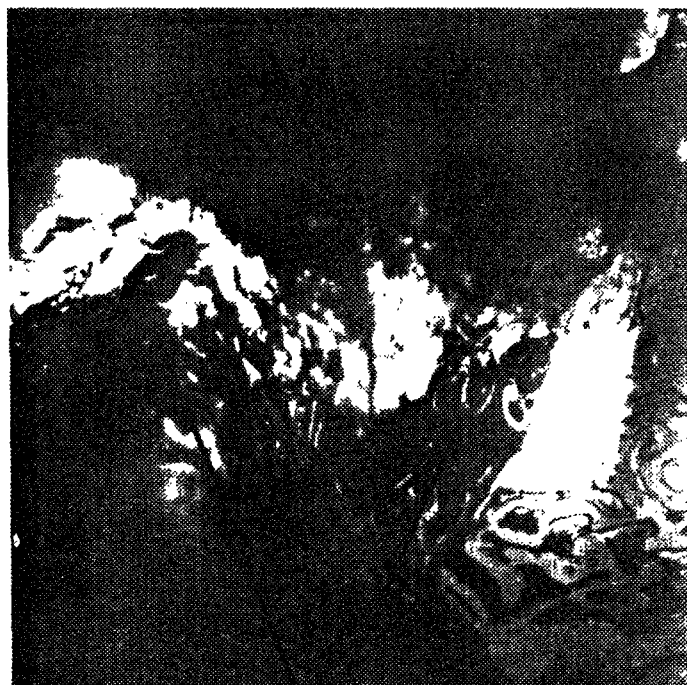
Lame épaisse  
5x4cm

Orifice d'injection de la saumure  
à l'aide d'une seringue



1mm

Joint de grain en partie vide



Joint de grain rempli

Planche 3.4: Principe de l'injection de saumures dans une lame  
épaisse de sel laiteux et clichés montrant la saumure  
dans le joint

- la porosité correspondant aux joints de grains entre les phénoblastes;
- la porosité de la matrice.

### Observation des joints de phénoblastes

Ils sont beaucoup moins fréquents que dans le sel laiteux mais ont une plus grande extension du fait de la taille plus grande des phénoblastes. Ils sont souvent localisés à proximité de la matrice ou forment la limite entre la matrice et le phénoblaste. Dans de nombreux cas, les joints de grains sont en fait des liserés de matrice fins ou épais.

L'observation de ces joints de phénoblastes montre qu'ils possèdent des morphologies semblables à celles des joints de grains des faciès laiteux et limpides.

### Observation des principaux types de matrice au microscope électronique à balayage

Les constituants de ces matrices sont assez variés mais comme cela a été montré au chapitre 2 on peut distinguer d'un point de vue pétrographique deux types de matrice, les matrices carbonato-sulfatées à halite d'imprégnation ou sans halite d'imprégnation et les matrices carbonato-argileuses sans halite d'imprégnation.

Les clichés a,b,c,g (planches 3.3) représentent une zone à matrice carbonato-argileuse de l'échantillon SBP04 (planche 2.4), Les clichés d,e,f,h (planche 3.3) représentent une zone à matrice carbonato-sulfatée de l'échantillon SBP31 (planche 2.4).

Les clichés a et b montrent à grande échelle des agrégats de microsparite plus ou moins denses répartis irrégulièrement et ayant une macroporosité (pores de taille supérieure à 1µm) bien visible, le diamètre moyen des sections de pores est de l'ordre de 5 à 6 µm environ. Le cliché c montre le détail de l'assemblage des cristaux de microsparite, de micrite et de quelques feuillets d'argiles en microagrégats. Des pores ayant des diamètres moyen de l'ordre de 2 à 3 µm sont bien visibles entre ces microagrégats, ils correspondent pour certains aux accès des pores de plus grande taille. Le cliché g montre des micropores entre les cristaux de microsparite et de micrite, ils ont des diamètres moyens de l'ordre de 0,5 à 1 µm.

Les clichés d et e montrent respectivement un bâtonnet isolé constitué de micrite et entouré de halite, ainsi que des agrégats de microsparite d'aspect proche de ceux des clichés précédents mais beaucoup plus cimentés par de la halite d'imprégnation. Les pores de grande taille sont nettement moins nombreux et beaucoup plus petits que précédemment (de l'ordre de 2 à 3 µm). Les clichés f et h montrent le détail des cristaux de la microsparite également imprégnés par de la halite. Il ne subsiste que quelques pores de diamètre proche du micromètre.

### 3.2.3. Les joints de sédimentation

A l'échelle microscopique ils ont des caractéristiques texturales et un espace poreux proches des matrices carbonato-sulfatées et carbonato-argileuses du sel phénoblastique, mais ils ont une extension latérale plus importante.

### 3.3. ESTIMATION DE LA TAILLE ET DE LA DISTRIBUTION DES PORES PAR LA POROSIMETRIE AU MERCURE

#### 3.3.1. Introduction

Des analyses de porosimétrie par injection de mercure ont été effectués dans le but de déterminer la distribution des pores et accès de pores observés précédemment et d'en mesurer les dimensions afin de déterminer les paramètres qui contrôlent les écoulements éventuels. La mise en oeuvre de ces essais est délicate car ils s'appliquent ici à des échantillons très peu poreux (porosité totale inférieure à 2,5%) ce qui correspond à une limite du domaine d'utilisation de l'appareil employé.

#### 3.3.2. Principe et limite de la méthode pour les échantillons de sel

##### Principe

Le principe de la porosimétrie par injection de mercure est celui exprimé par la loi de Jurin. Il consiste à injecter sous pression et à faible vitesse, du mercure dans les pores de l'échantillon. Le mercure étant un liquide non mouillant, il est nécessaire de lui appliquer une pression d'autant plus forte que les dimensions d'accès de pores sont petites. Si on assimile ces pores à une succession d'étranglements et d'évasements de section circulaire, on peut relier par la loi de Jurin la pression d'injection de mercure à un rayon d'accès de pore :

$$P(\text{MPa}) = 7350 \times 10^{-3} / r(\mu\text{m}) \text{ avec } r = \text{rayon d'accès de pore}$$

Les essais ont été effectués avec le porosimètre CARLO-ERBA 2000 WS du C.G.I.. Il autorise des pressions de 0,1 à 200 MPa ce qui permet d'accéder à des pores dont les rayons moyens d'accès vont en décroissant jusqu'à 0,0035  $\mu\text{m}$ .

L'essai porosimétrique consiste à déterminer le volume de mercure injecté dans l'échantillon pour chaque palier de pression. Ceci permet de tracer une courbe du volume de mercure injecté en fonction de la pression capillaire de l'échantillon. La porosité envahie par le mercure en fin d'injection constitue dans le cas des échantillons de sel analysés une bonne estimation de la porosité totale de l'échantillon car les rayons d'accès des pores sont compris dans le spectre mesurable de l'appareil.

##### Limites d'utilisation pour les faciès halitiques

Lors d'un essai porosimétrique, le volume de l'ensemble échantillon, mercure et dilatomètre a tendance à varier lors des montées en pression. Pour des échantillons à porosité supérieure à 3%, une méthode de correction par étalonnage à l'aide d'un matériau étalon est employée. Dans le cas de matériaux à faible porosité comme les faciès halitiques de la Bresse, cet étalonnage aurait pu être complété par l'application de corrections prenant en

compte les propriétés mécaniques du matériau (Leca 1990 pour les granites). Elles sont en fait peu importantes et les résultats obtenus permettent une bonne comparaison avec les observations précédentes ainsi qu'avec les mesures effectuées dans le paragraphe suivant.

### 3.3.3. Courbes et spectres porosimétriques d'un échantillon de sel laiteux, comparaison avec un échantillon de sel recristallisé

#### Echantillons utilisés

Pour le sel laiteux, un bloc de 2 x 2 x 1 cm a été découpé dans une séquence de l'échantillon SBL06. L'observation préliminaire au microscope a bien montré la présence de nombreux joints de grains aux morphologies diverses décrites précédemment. Pour le sel recristallisé, un bloc identique a été prélevé dans une demi-carotte provenant du dôme de Asse.

Ces deux types de sel possèdent des textures différentes mais un même type de porosité intergranulaire, il est donc intéressant de les comparer.

#### Analyse des courbes et des spectres porosimétriques

Les courbes porosimétriques représentent l'évolution de la porosité progressivement occupée par le mercure en fonction de la pression exercée et du rayon d'accès de pores lors de l'injection.

Les courbes porosimétriques obtenues (figures 3.1 et 3.2) sont représentées dans un repère semi-logarithmique. Les valeurs de pression capillaire avec les valeurs de rayon d'accès de pores correspondantes sont portées en abscisse. Les porosités cumulées calculées à partir des mesures de volume sont portées en ordonnée.

Sur les courbes porosimétriques des deux types de sel étudiés, on remarque une première partie à forte pente correspondant à des rayons d'accès de pores supérieurs à 10 $\mu$ m environ. Cette partie est en fait un artéfact lié au début de l'injection qui prend en compte les ménisques de mercure aux contacts bloc-dilatomètre, en surface du bloc ainsi que dans les fissures et joints de grains ouverts. On ne doit donc prendre en considération que la partie de la courbe porosimétrique à rayon d'accès inférieure à 10 $\mu$ m ce qui donne pour l'échantillon de sel laiteux un volume poreux de l'ordre de 0,9%, et pour l'échantillon de sel recristallisé un volume poreux de l'ordre de 0,4%.

L'allure des spectres porosimétriques obtenus par dérivation des courbes d'injection est représentée au dessus des courbes porosimétriques (figures 3.1 et 3.2). Les maxima observés sur les spectres définissent la présence d'une ou de plusieurs familles de rayon d'accès de pores. Ils permettent pour les deux échantillons testés d'individualiser deux volumes de pores.

Pour le sel laiteux, une partie de la porosité (0,2 à 0,3% environ) est accessible par des rayons d'accès compris entre 3 et 10 $\mu$ m en continuité avec les accès des joints ouverts (rayons supérieures à 10 $\mu$ m).

Jusqu'à des pressions de l'ordre de 40 MPa l'injection de mercure est faible. La plus grande partie de la porosité (environ 0,6%) n'est accessible

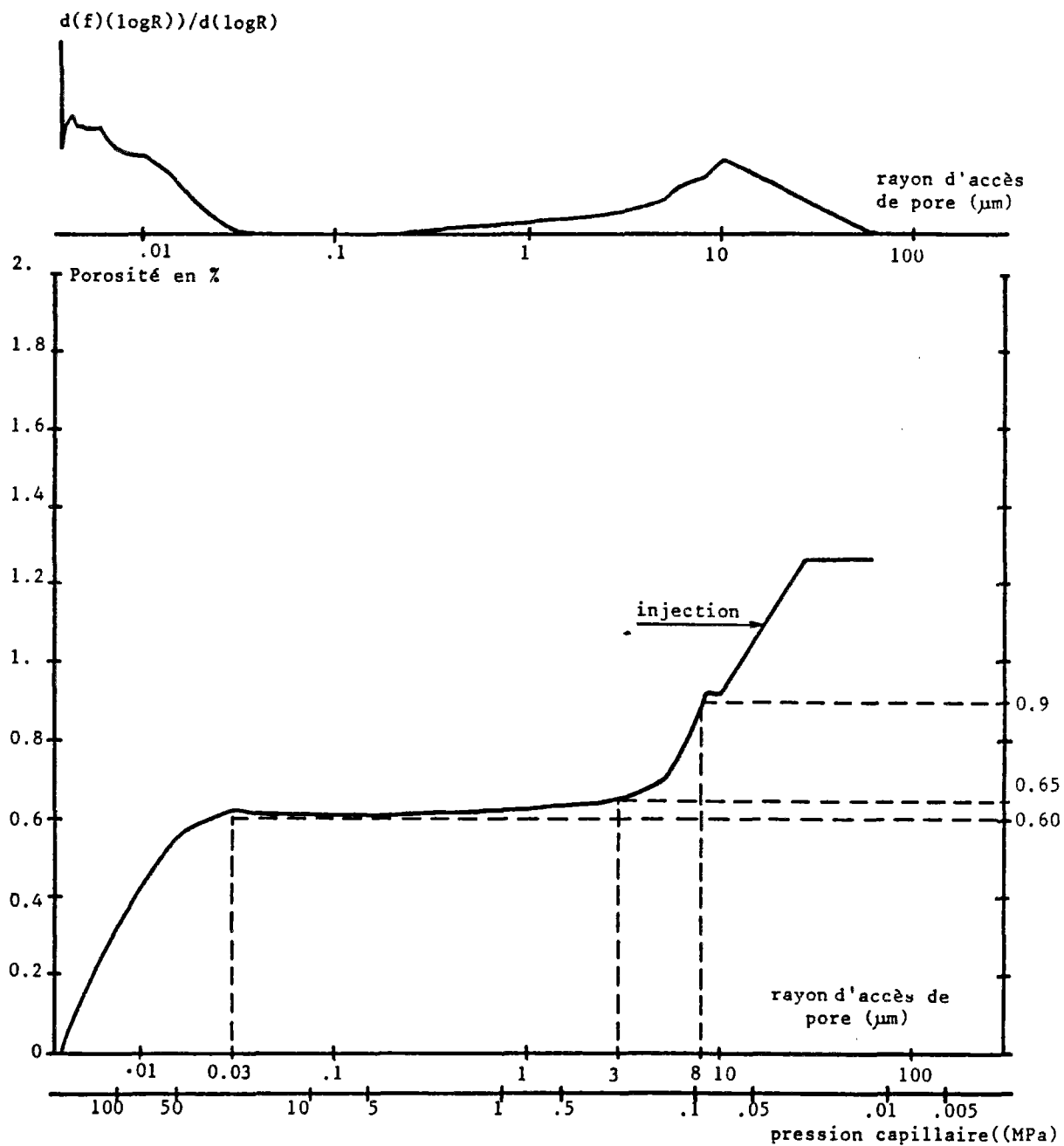


Figure 3.1: Courbe et spectre porosimétrique d'un échantillon du faciès de sel laiteux de la Bresse (SBL06).

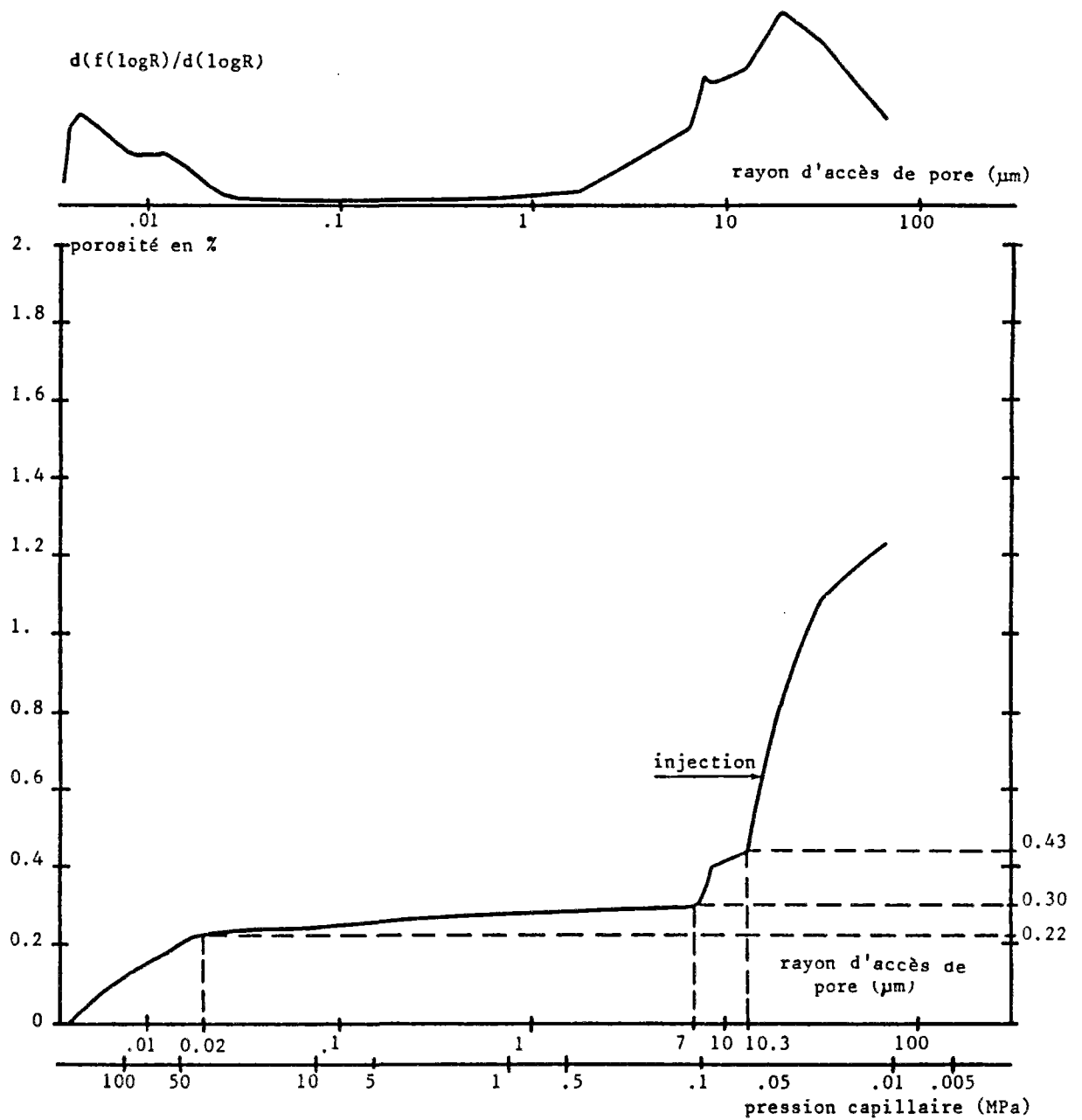


Figure 3.2: Courbe et spectre porosimétrique d'un échantillon du faciès de sel recristallisé du dôme de Asse.

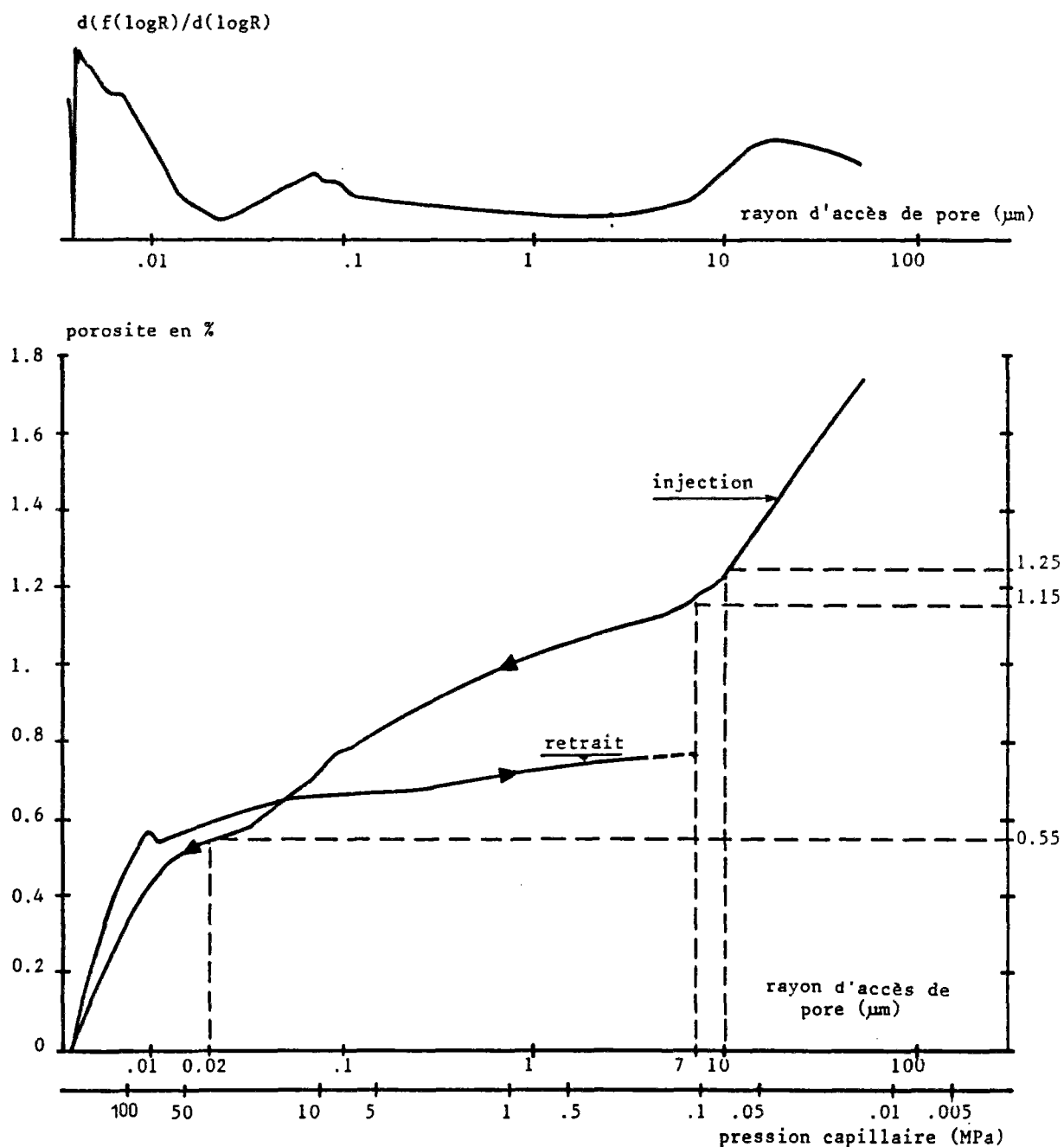


Figure 3.3: Courbe et spectre porosimétrique d'un échantillon du faciès de sel phénoblastique de la Bresse (SBP33).



que par des pores dont les rayons d'accès sont inférieures à 0,03  $\mu\text{m}$  (infraporosité).

Sur la base des observations au microscope effectuées précédemment, on peut interpréter ces deux volumes de pores comme étant les canaux en flaques ou tubulaires dans les joints de grains. Le premier volume dont les rayons d'accès sont de l'ordre de 3 à 10  $\mu\text{m}$  correspond vraisemblablement à des canaux interconnectés directement accessibles du fait du sciage du bloc. Dans ce cas, les rayons d'accès correspondent aux rayons des canaux eux mêmes. Le deuxième volume de pores est accessible par des rayons inférieurs à 0,03  $\mu\text{m}$  et correspond probablement aux limites de grains entre les canaux, que l'on a infiltré lors des injection de saumures.

On peut remarquer que ce sont les rayons d'accès aux canaux inférieurs à 0,03  $\mu\text{m}$  qui permettent d'accéder à une grande partie de la porosité (60%) et qui à priori vont contrôler les écoulements éventuels dans ces joints de grains. Cependant, il faut noter que in situ, les section de ces accès de pores sont probablement réduits par la pression lithostatique ce qui va fortement limiter les possibilités d'écoulements.

La courbe porosimétrique du sel recristallisé permet d'aboutir aux mêmes conclusions avec cependant des valeurs de porosités plus faibles, de l'ordre de 0,2% pour la partie des canaux accessibles par des rayons inférieurs à 0,02  $\mu\text{m}$ , et de l'ordre de 0,1% pour les canaux de rayons compris entre 0,1 et 10  $\mu\text{m}$  correspondant en grande partie à des canaux plus petits que ceux du sel de Bresse.

La faible valeur de porosité de cet échantillon de sel recristallisé par rapport à celle du sel laiteux ou du sel limpide confirme que les joints de grains sont différents. Les joints ouverts fournissent l'essentiel de la porosité. Pour les joints fermés, les grains de halite sont beaucoup mieux soudés (recristallisation dynamique, cf deuxième partie).

### 3.3.4. Courbes et spectres porosimétriques d'un échantillon de sel phénoblastique à matrice carbonato-argileuse

#### Echantillon utilisé

Nous avons utilisé un bloc d'environ 5  $\text{cm}^3$  provenant de l'échantillon de sel phénoblastique à matrice carbonato-argileuse (SBP04, planche 2.4).

#### Analyse de la courbe et du spectre porosimétrique

La courbe porosimétrique (figure 3.3) présente comme dans les cas précédents une première partie à forte pente avec des rayons d'accès supérieurs à 10  $\mu\text{m}$  correspondant à l'artéfact déjà mentionné. Après correction de l'influence de cet artéfact le volume poreux de l'échantillon est de l'ordre de 1,3%.

Le spectre porosimétrique caractérise une porosité complexe, avec plusieurs changements de pente, ce qui lui donne une allure bosselée que l'on peut attribuer à la présence de plusieurs familles d'accès de pores de rayons compris entre 0,02 et 10  $\mu\text{m}$  ce qui correspond à un volume poreux de l'ordre de 0,7 à 0,8%.

La complexité de cette partie importante de la porosité ainsi que la diversité des accès de pores peut s'interpréter au regard des observations effectuées lors du paragraphe précédent. Cette porosité correspond à celle de la matrice carbonato-argileuse constituée d'agrégats microporeux de micrite et d'argiles regroupés en îlots macroporeux peu cimentés par de la halite ou de l'anhydrite d'imprégnation.

La partie de la courbe relative aux rayons d'accès inférieurs à 0,02 µm (soit environ 0,5 à 0,6% de la porosité totale) correspond à la fois à une infraporosité des argiles ou de la micrite et à la porosité des joints de grains entre les phénoblastes.

Ce sont donc les familles de pores dont les accès sont les plus grands qui vont contrôler les éventuels écoulements dans ce type d'échantillon, ce qui correspond à des rayons d'accès compris entre 0.1 et 10 µm qui permettent l'accès à une porosité de l'ordre de 0,6 à 0,8%. Cependant, l'observation de la texture de ces faciès montre que la distribution des plages de matrice doit limiter fortement l'interconnexion des pores.

### **3.4. DETERMINATION DE LA POROSITE TOTALE DES DIFFERENTS FACIES HALITIQUES**

#### **3.4.1. Intérêt de la mesure de la porosité totale**

##### **Introduction**

La porosité totale accessible est un paramètre simple. Sa détermination dans le cas des faciès halitiques est cependant délicate car les mesures se situent dans un domaine de très faibles valeurs. Il a donc été nécessaire d'améliorer les techniques de mesures classiques en développant des méthodes originales, ces méthodes ont été mises au point en collaboration avec P. Lebrun (1990).

L'intérêt et le but de ces mesures de porosité est considérable. Elles sont indispensables aux études concernant les écoulements fluides dans le gisement et vont permettre par la suite d'estimer indirectement la quantité d'inclusions fluides présentes in situ dans l'espace poreux des différents faciès.

A l'échelle de la série salifère de la Bresse, les volumes poreux mesurés correspondent à la porosité des grains des roches halitiques.

##### **Définition de la porosité totale**

La porosité totale "n" d'un échantillon est une grandeur sans dimension exprimée en pourcentage et qui est le rapport entre le volume des vides et le volume total de l'échantillon :

$$n(\%) = (V_{\text{vides}}/V_{\text{totale}}).100$$

La mesure de ce paramètre fait apparaître deux problèmes.

La détermination expérimentale classique de la porosité consiste à saturer l'échantillon à l'aide d'un liquide ou d'un gaz, puis par diverses techniques, à mesurer le volume total et le volume des vides remplis par le

fluide. Pour des échantillons de faible porosité comme les roches halitiques, la porosité totale mesurée va être très différente suivant les fluides de saturation, car le remplissage du volume poreux est rarement complet et se fait plus ou moins bien suivant les caractéristiques du fluide utilisé. Les valeurs de porosité obtenues seront donc fonction du fluide utilisé. Pour les déterminations classiques, les mesures se font à l'eau (faible viscosité, très bonne mouillabilité) mais l'eau même saturée ne peut en aucun cas être utilisée pour le sel. Pour ce travail, deux fluides différents, l'hélium et le décane ont été utilisés avec deux méthodes de mesures spécifiques à chacun d'entre eux.

Il est nécessaire de faire des mesures sur des échantillons ayant un volume représentatif de la roche. Les observations effectuées (chapitre 2) ont montré que la taille des grains varie entre 1 et 5 mm pour les faciès de sel laiteux et limpide et entre 0,1 et 1 cm en moyenne pour les faciès de sel phénoblastique avec cependant dans ce cas de grandes variations possibles. Deux tailles différentes d'échantillons ont été choisies pour les mesures de porosité, en fonction de la représentativité des grains et des contraintes d'appareillage : des grands échantillons à l'échelle des séquences de sel laiteux ou des passées de sel phénoblastique (blocs d'environ 5 x 5 x 2 cm) et des petits échantillons (blocs d'environ 2 x 1 x 1 cm). La représentativité des petits échantillons n'étant pas toujours valable pour les faciès de sel phénoblastique, il a été nécessaire de sélectionner des échantillons à petits phénoblastes.

### 3.4.2. Méthode de mesure de la porosité totale par saturation au décane

#### Choix du liquide de saturation

Le problème par rapport aux techniques classiques à l'eau a été de trouver un liquide qui n'altère pas le sel et qui pénètre le mieux possible l'espace poreux. Le décane ( $C_{10}H_{22}$ ) a été choisi à la suite de tests effectués avec différents liquides. Il a été sélectionné car il représentait le meilleur compromis entre le pouvoir dissolvant, la viscosité et la mouillabilité vis à vis de la halite. Nous verrons cependant avec l'analyse des résultats des mesures qu'il n'est pas un liquide parfait.

#### Convention de notation

- $V_v$  : Volume des vides de l'échantillon (espace poreux rempli ou non par un fluide);
- $V_s$  : Volume du squelette solide (grains minéraux);
- $V_t$  : Volume total de l'échantillon comprenant les vides et le squelette solide;
- $M_s$  : Masse du squelette solide;
- $M_{hum}$  : Masse humide de l'échantillon, elle correspond à la somme de la masse du squelette solide et de la masse du fluide saturant l'espace poreux;
- $M_{hyd}$  : Masse obtenue par une pesée hydrostatique de l'échantillon plongé dans un liquide identique à celui qui sature l'espace

poreux; c'est la masse du squelette solide diminuée de la poussée d'Archimède sur celui ci;

-  $\rho_{dec}$  : Masse volumique du décane ( $g.cm^{-3}$ ).

### Principe de détermination de la porosité

Sachant que  $n = V_v/V_t$ , soit  $n = V_v/(V_v+V_s)$ , il faut déterminer deux des trois volumes  $V_s$ ,  $V_v$  et  $V_t$ .

Le principe consiste à saturer en décane l'échantillon de masse  $M_s$  connue sous vide pendant 2 jours (celui ci ayant été désaéré le plus possible auparavant afin d'éliminer les fluides contenus initialement), puis de le soumettre à une pesée hydrostatique  $M_{hyd}$  et enfin, de le peser humide.

$V_s$  et  $V_v$  sont alors déterminés à partir des formules :

$$M_{hum} = M_s + \rho_{dec} \cdot V_v \qquad M_{hyd} = M_s - \rho_{dec} \cdot V_s$$

La porosité est alors obtenue par la formule :

$$n = [(M_{hum} - M_s) / (M_{hum} - P_{hyd})] \cdot 100$$

### Mise en oeuvre des mesures

#### Détermination de $M_{hyd}$

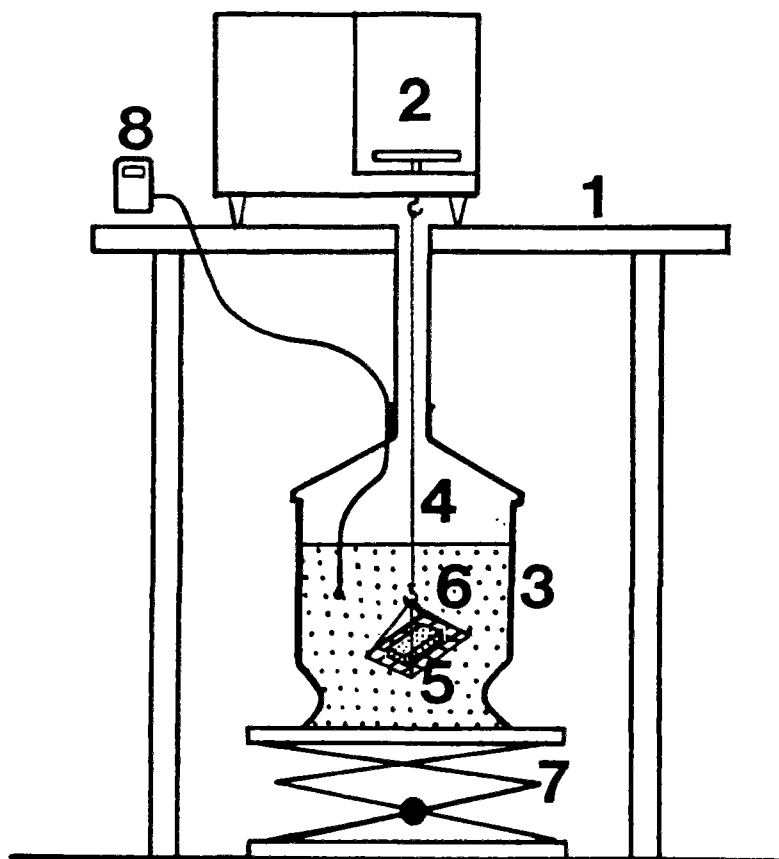
L'échantillon saturé est suspendu à la balance de précision dans une nacelle puis il est plongé dans le décane en milieu fermé selon le schéma de la figure 3.4. La mesure de la masse est instantanée. Il faut cependant prendre beaucoup de précautions lors de la manipulation, et soigner la régulation de température du décane et de la pièce où sont effectuées les mesures.

#### Détermination de $M_s$

La mesure de  $M_s$  est délicate. Il est nécessaire de bien désaérer l'échantillon pour être certain qu'il n'y ait pas de liquides restés piégés. La mesure est effectuée en fin de manipulation en utilisant la saturation comme "nettoyage" de l'espace poreux. L'échantillon est ensuite placé à l'étuve à 40°C pendant quelques heures puis dans un dessiccateur où le vide est effectué pendant un jour ou deux. Enfin l'échantillon est pesé dans la pièce à humidité contrôlée pour éviter l'adsorption d'humidité par la halite.

#### Détermination de $M_{hum}$ par la méthode dite "d'essuyage"

L'échantillon saturé en décane est retiré du liquide puis essuyé à l'aide d'un tissu imprégné de décane avant d'être pesé. C'est la technique classique mais elle présente un gros inconvénient : la prise en compte du décane resté en excès à la surface de l'échantillon, ou la perte d'un peu de décane saturant les vides (le décane s'évapore rapidement) a une grosse influence sur la précision de la pesée pour les faibles porosités. Cette méthode utilisée en routine n'est pas adaptée pour mesurer les très faibles porosités. Elle nécessite de grandes précautions.



- |  |                      |
|--|----------------------|
| 1) table                               | 5) échantillon       |
| 2) balance de précision                | 6) nacelle           |
| 3) cloche fermée                       | 7) support élévateur |
| 4) fil reliant la balance à la nacelle | 8) thermomètre       |

Figure 3.4: Schéma de principe de la pesée hydrostatique

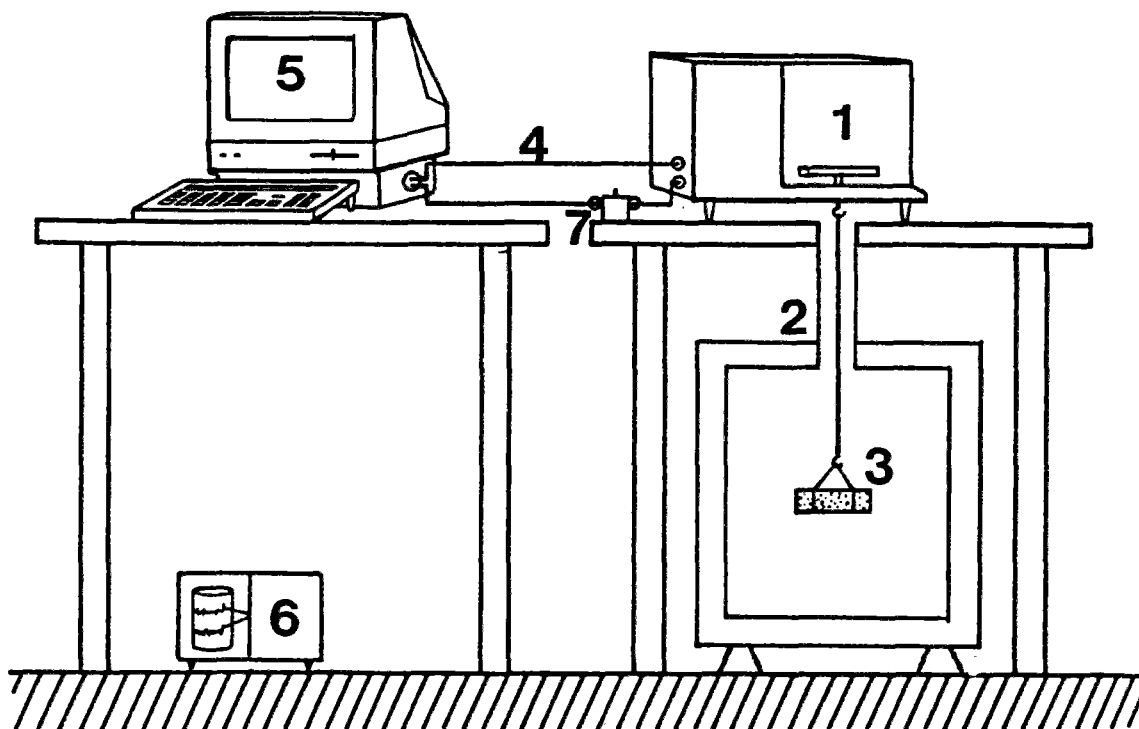
#### Détermination de $M_{h_{max}}$ à partir des courbes de séchage

Une méthode dite des courbes de séchage a été mise au point en s'inspirant des travaux de D.Leca (1990) concernant les mesures de faibles porosités.

Le principe consiste lors de la pesée hydrostatique, à retirer du décane l'échantillon saturé, de le suspendre à la balance de précision dans une étuve en milieu fermé et de laisser s'évaporer le décane contenu à la surface de l'échantillon et dans l'espace poreux. Une mesure de la masse est faite toutes les 5 secondes par la balance couplée à une minuterie (figure 3.5).

Ceci permet d'obtenir une courbe donnant la masse de l'échantillon saturé en fonction du temps.

Ces courbes peuvent être décomposées en plusieurs parties à courbure et à pente variables dont l'interprétation reste délicate (figure 3.6). Nous avons considéré seulement la première partie de la courbe notée (1) représentant une évaporation régulière qui est interprétée (à l'aide d'observations visuelles effectuées lors de l'évaporation) comme étant l'évaporation de la couche superficielle de décane sur l'échantillon, le



- |   |   |   |                  |
|---|---|---|------------------|
| 1 | balance de précision  | 5 | microordinateur  |
| 2 | étuve   | 6 | thermohygromètre |
| 3 | échantillon   | 7 | minuterie        |
| 4 | interface entre la balance électronique et le microordinateur |   |                  |

Figure 3.5: Dispositif de mesure de la masse humide à l'aide des courbes de séchage.

reste de la courbe est attribué à l'évaporation du décane présent dans l'espace poreux de l'échantillon.

Ces courbes permettent de déterminer la masse humide  $M_{hum}$  prise à l'intersection de la partie (1) et du reste de la courbe (partie 2, figure 3.6)

### 3.4.3. Méthode de mesure de la porosité totale à l'aide d'un volumètre à mercure et d'un pycnomètre à hélium (méthode Hg-He)

#### Principe

Le principe de cette détermination de la porosité totale consiste à mesurer le volume du squelette solide  $V_s$  d'un échantillon de petite taille à l'aide d'un pycnomètre qui permet une saturation en hélium de la porosité puis de mesurer sur le même échantillon le volume total  $V_t$  à l'aide d'un volumètre à mercure. On en déduit le volume des vides  $V_v$  et ainsi la porosité :

$$n (\%) = V_v / V_t \cdot 100$$

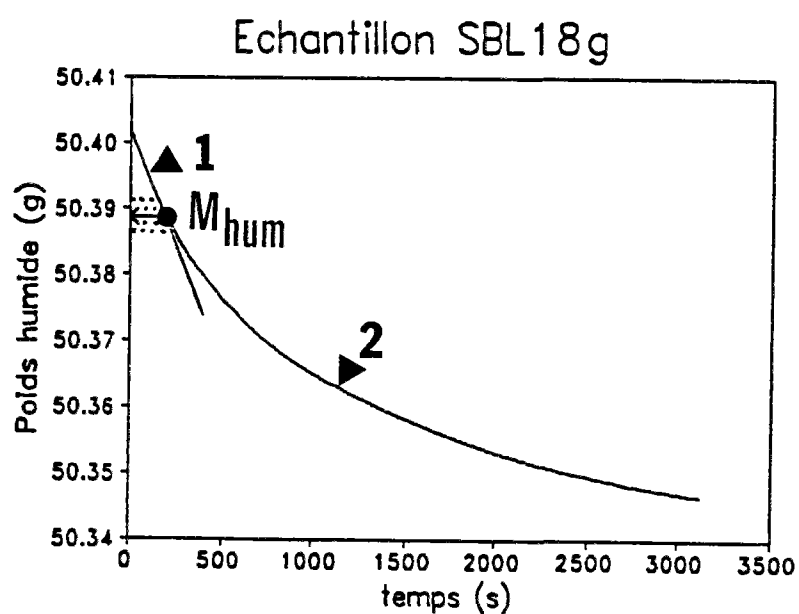
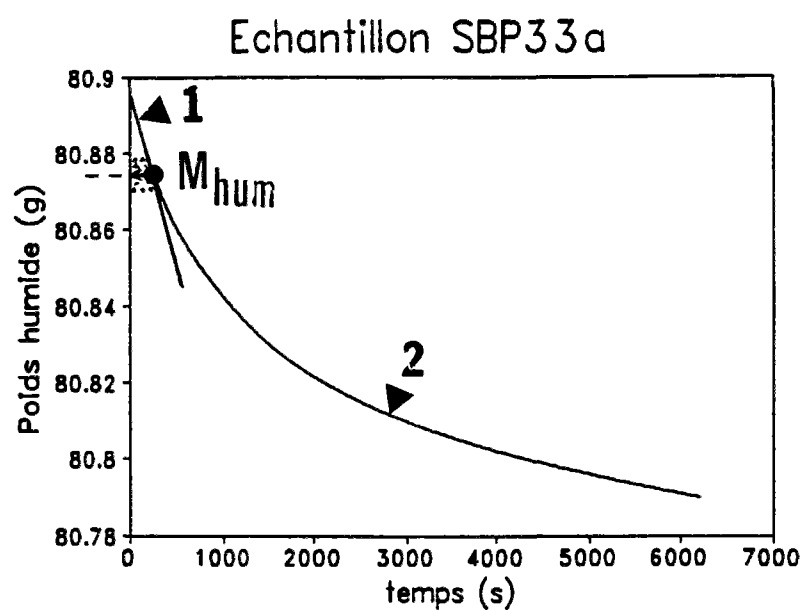


Figure 3.6: Exemple de courbe de séchage pour un échantillon de sel laiteux (SBL18) et pour un échantillon de sel phénoblastique (SBP33)

## Mise en oeuvre

### Echantillons utilisés

Compte tenu des caractéristiques des appareillages disponibles, dans les deux cas, la taille des échantillons ne peut dépasser 2 x 1 x 1 cm. Ce sont donc des petits blocs de cette taille qui ont été utilisés.

### Volumètre à mercure

Le dispositif est présenté sur la figure 3.7. Une première pesée consiste à équilibrer la poussée d'Archimède sur la partie immergée d'un flotteur à l'aide de l'échantillon et d'une masse  $M_1$ . Une seconde mesure vise à équilibrer la poussée d'Archimède sur cette même partie immergée du flotteur et sur l'échantillon piégé sous celui ci, à l'aide d'une masse  $M_2$ .

Le volume totale  $V_t$  est alors calculé par la relation :

$$V_t = M_2 - M_1 / \rho_{Hg}$$

Les mesures ayant été faite à 29°C, la valeur de  $\rho_{Hg}$  est de 13,534 g/cm<sup>3</sup> à 25°C avec une variation de 0,0024 g/cm<sup>3</sup> par degrés C.

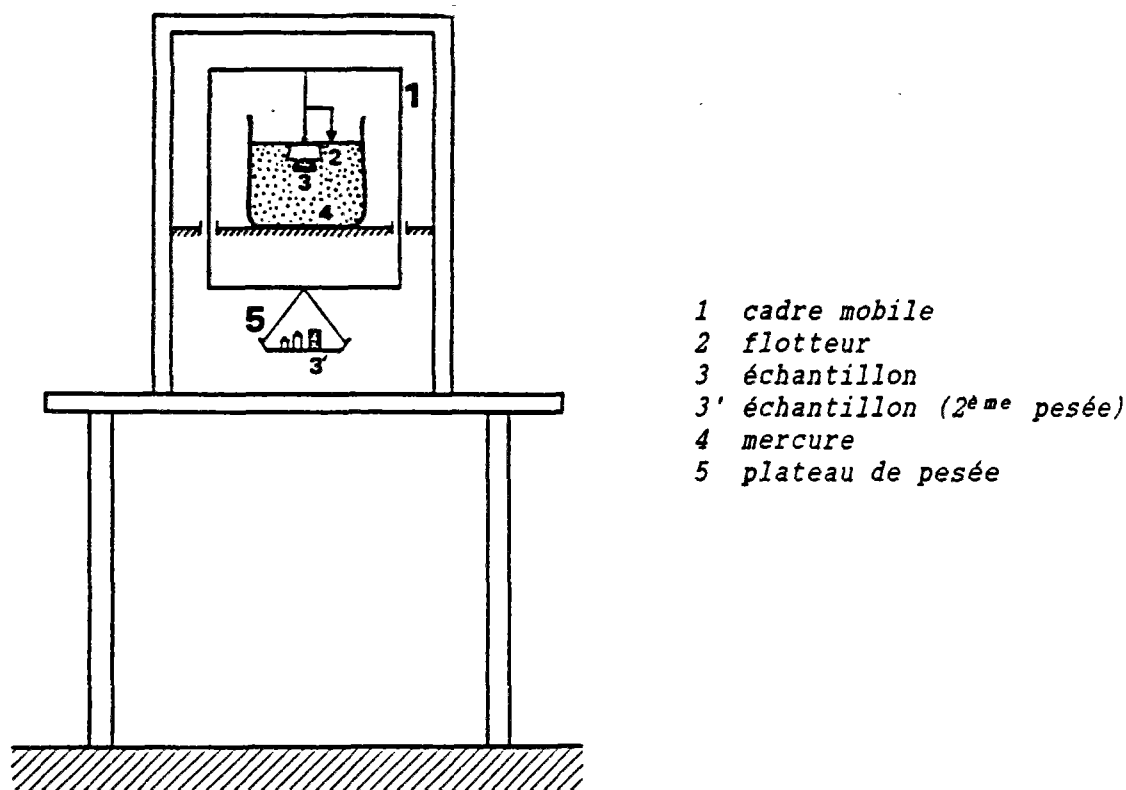


Figure 3.7: Schéma de principe du volumètre à mercure



### **Pycnomètre à hélium**

Un pycnomètre ACCUPYC 1330 à hélium a été utilisé. Son principe de mesure, basé sur la loi des gaz parfaits, consiste à saturer en hélium l'échantillon puis à mesurer le volume du squelette solide indirectement à partir de la variation de pression de l'hélium dans un volume calibré. L'appareil est entièrement automatique et permet une grande précision mais nécessite cependant un bon calibrage et de nombreuses précautions d'utilisation.

### **Limites de la méthode**

L'avantage de cette méthode est que lors des mesures au pycnomètre, l'hélium pénètre bien l'échantillon à l'issue des nombreux cycles de remplissages. Ceci a été vérifié expérimentalement. L'étalonnage de l'appareil (Lebrun 1990) est très important. Cela a permis d'obtenir des valeurs de  $V_s$  très fiables avec une erreur absolue inférieure à 1 mm<sup>3</sup>. Les mesures au volumètre à mercure sont plus délicates à réaliser. L'imprécision a été déterminée par la mesure du volume de billes de verre non poreuses. La porosité moyenne mesurée est inférieure à 0,03%.

L'inconvénient réside plutôt dans notre cas dans la taille de l'échantillon qui reste petite.

Toutes les manipulations ont été faites dans une pièce à taux d'humidité réduit et température régulée. Les deux mesures ont été effectuées dans tous les cas en contrôlant rigoureusement la température des deux fluides, Les écarts ne dépassant pas 0,5°C.

### **3.4.4. Résultats et interprétations des mesures**

#### **Résultats**

#### **Echantillons utilisés**

Les mesures ont été effectuées pour le sel laiteux sur des échantillons provenant de séquences d'environ 10 cm d'épaisseur et pour le sel phénoblastique sur des échantillons provenant de niveaux pluridécimétriques différents (à matrice carbonato-sulfatée et à matrice carbonato-argileuse). Les échantillons de sel limpide proviennent d'un niveau de 40cm, les échantillons de sel hyalin proviennent de macrocristaux décimétriques d'une "cavité de dissolution". Un échantillon comportant un joint de sédimentation carbonato-sulfaté épais entre deux séquences de sel laiteux, a également été étudié.

Les valeurs de porosité totale obtenues par saturation au décane sont regroupées dans le tableau 3.1. Le volume des échantillons est de l'ordre de 50 cm<sup>3</sup> (5 x 5 x 2 cm en moyenne).

Les valeurs de porosité totale obtenues avec le pycnomètre à hélium et le volumètre à mercure sont regroupées dans le tableau 3.2. Les échantillons utilisés proviennent du découpage de certains des échantillons précédents en blocs de 3 cm<sup>3</sup> environ (2 x 1 x 1 cm). L'échantillon SBM08 comportant le joint de sédimentation n'a pas pu être mesuré car les blocs n'étaient pas

représentatifs. Il est à noter que l'échantillon SBP31p a été mesuré par les deux méthodes.

L'état de fracturation des échantillons a été relevé. Pour le sel hyalin, il correspond aux clivages des macrocristaux induits par le prélèvement ou la préparation. Pour les autres échantillons il correspond aux clivages de la halite et à l'ouverture artificielle des joints de grains.

#### **Comparaison des deux méthodes : saturation au décane, méthode helium-mercure**

Les valeurs obtenues pour le sel hyalin sont du même ordre de grandeur (0.2% en moyenne) dans les deux méthodes. Ceci indique que les deux fluides saturant ont bien pénétré les clivages.

Pour les échantillons de sel laiteux, les valeurs obtenues par saturation à l'hélium sont deux à trois fois supérieures à celles obtenues par saturation au décane (à l'exception des échantillons très fracturés). Ceci reste vrai à un degré moindre pour les échantillons de sel limpide mais ils sont beaucoup plus fracturés.

Par contre, les valeurs obtenues pour les échantillons des faciès de sel phénoblastiques sont du même ordre de grandeur, un peu inférieures aux mesures obtenues par saturation au décane.

Dans certains cas il y a donc corrélation et dans d'autres pas. La variabilité des valeurs pour un même faciès provient en grande partie de la différence de l'état de fissuration des échantillons.

#### **Interprétations**

##### **Le sel laiteux et le sel limpide**

Si on compare ces valeurs de porosité totale avec celles obtenues par porosimétrie au mercure en faisant intervenir la notion de rayon d'accès de pores, ainsi que les observations effectuées au microscope, on peut interpréter les mesures obtenues par saturation au décane et à l'hélium.

Pour les échantillons de sel laiteux et limpide qui possèdent une porosité de joints de grains, le décane ne pénètre que les pores de grande dimension c'est à dire les joints ouverts et les pores connectés dans les joints fermés qui ont un rayon d'accès compris entre 3 et 10µm correspondant aux canaux en flaques et tubes et aux inclusions accessibles (0,2 à 0,3% de la porosité totale d'après la courbe porosimétrique, figure 3.1).

L'hélium lui pénètre beaucoup mieux l'échantillon et les valeurs de porosité totale sont du même ordre de grandeur que celle de la courbe porosimétrique. Cela confirme que l'hélium sature bien l'espace poreux, même si les rayons d'accès sont très petits (inférieur à 0,1µm). Si on ne tient compte que des échantillons faiblement fracturés, ce sont les valeurs de porosité totale mesurées à l'aide du pycnomètre à hélium et du volumètre à mercure qui approchent le mieux la porosité totale des séquences de sel laiteux avec des valeurs comprises entre 0,4 et 0,6%.

faciès	échantillon	n (%)
séquences de sel laiteux	SBL18a°	0,24
	SBL18b°	0,25
	SBL18c°	0,28
	SBL18d°	0,33
	.....	.....
	SBL18f*	0,11
	SBL18g*	0,38
	SBL18h*	0,32
	SBL18i*	0,28
	.....	.....
	SBL06a°	0,11
	SBL06b°	0,14
	SBL06c°	0,08
	SBL06d°	0,08
	.....	.....
	SBL06e*	0,14
	SBL06f*	0,19
	SBL06g*	0,14
	SBL06h*	0,12
	.....	.....
	SBL15a*	0,99
	SBL15b*	0,07
	SBL15c*	0,10
	SBL15d*	0,09
	.....	.....
	SBL01a°	0,70
	SBL01b*	0,39
sel limpide	SBM49a°	0,50
	SBM49b°	0,50
	SBM49c*	0,38
	SBM49d*	0,24
monocristaux de sel hyalin	SBH43a°	0,12
	SBH43b*	0,25
	SBH43c*	0,25
sel phénoblastique à matrice carbonato-sulfatée à halite d'imprégnation	SBP31a°	0,31
	SBP31b°	0,85
	SBP31c°	0,69
	SBP31d°	0,70
	SBP31p*	1,23
	.....	.....
	SBP33a*	1,14
	SBP33b*	0,25
	SBP33c*	0,19
	SBP33d*	0,84
sel phénoblastique à matrice carbonato-sulfatée sans halite d'imprégnation	SBP21a*	1,10
	SBP21b*	1,00
sel phénoblastique à matrice carbonato-argileuse sans halite d'imprégnation	SBP04a°	1,66
	SBP04b°	1,42
	SBP04c°	1,70
	SBP04d*	1,19
	.....	.....
	SBP48a°	1,41
	SBP48b*	0,78
	SBP48c*	0,75
joint de sédimentation carbonato-sulfaté	SPM08a*	0,50

Tableau 3.1: Résultats des mesures de porosité totale obtenues par saturation au décane pour les différents faciès halitiques de la Bresse.

°: mesures effectuées par la méthode "d'essuyage"

\*: mesures effectuées par la méthode "des courbes de séchage"

faciès	échantillon	n (%)	F
sel laiteux	SBL18f1	0,64	-
	SBL18f2	0,71	-
	SBL18f3	0,58	-
	SBL18h1	0,71	-
	SBL18h2	0,30	-
	.....	.....	.....
	SBL06h1	0,61	-
	SBL06h2	0,39	+
	SBL06h4	0,36	-
	SBL06h5	0,57	-
	SBL06h6	0,50	-
	SBL06h7	0,57	++
	SBL06h8	0,60	++
	SBL06i1	0,47	+
	SBL06i2	0,37	-
	.....	.....	.....
	SBL01b1	1,21	+++
	SBL01b2	0,72	++
	.....	.....	.....
	SBL15d1	0,79	++
	SBL15d2	1,10	+++
sel hyalin	SBH43b1	0,15	+
	SBH43b2	0,36	+++
	SBH43b3	0,22	+++
	SBH43b4	0,17	+
sel limpide	SBM49c1	0,52	+
	SBM49c2	0,79	+++
sel phénoblastique matrice carbonato-sulfatée à halite d'imprégnation	SBP31a1	0,58	-
	SBP31a4	0,63	-
	SBP31a5	1,33	-
	SBP31a6	0,90	+
	SBP31p	1,51	+++
sel phénoblastique à matrice carbonato-sulfatée sans halite d'imprégnation	.....	.....	.....
	SBP21a1	1,17	-
	SBP21a2	1,17	-
sel phénoblastique à matrice carbonato-argileuse sans halite d'imprégnation	.....	.....	.....
	SBP04a1	2,10	-
	SBP04a2	1,38	-

Tableau 3.2: Résultats des mesures de porosité totale par la méthode He-Hg sur des petits échantillons des différents faciès halitiques de la Bresse. (volume d'environ 3 cm<sup>3</sup>)

*F* = état de fissuration de l'échantillon  
 - = pas de fissuration apparente  
 + = faiblement fissuré  
 ++ = moyennement fissuré  
 +++ = très fissuré

In situ, ces roches vont être comprimées et une grande partie des accès de pores inférieurs à 0,1µm correspondant aux accès des canaux en flaques et tubes ou des inclusions, vont être fermés (contact grain sur grain). La porosité accessible va être très réduite mais les diamètres des pores correspondants aux canaux et inclusions ne seront que très peu modifiés donnant une porosité occluse. Ce sont les mesures de porosité obtenues par saturation au décane qui vont approcher par défaut cette porosité occluse.

L'espace poreux in situ des faciès de sel laiteux et limpide dans des zones non tectonisées et non décomprimées sera en moyenne compris entre 0,25 et 0,5%, par contre, dans les zones décomprimées ou tectonisées, il pourra dépasser 1% (joints ouverts et fissures).

### **Le sel phénoblastique**

Pour les échantillons de sel phénoblastique à matrice carbonato-sulfatée ou carbonato-argileuse, les valeurs de porosité obtenues par saturation au décane sont beaucoup plus proches de celles obtenues par saturation à l'hélium que dans le cas des faciès de sel laiteux et de sel limpides. Elles coïncident également avec les valeurs obtenues par porosimétrie au mercure (1,25%) pour le sel phénoblastique à matrice carbonato-argileuse. On peut donc considérer que le décane pénètre mieux l'espace poreux et ceci probablement parce que l'essentiel de la porosité est accessible par des accès de pores de diamètre supérieur à 0,1µm, plus grands que ceux du sel laiteux et limpide et dont les tailles sont du même ordre de grandeur que les pores dans la matrice.

Pour les échantillons de sel phénoblastique à matrice carbonato-sulfatée, la porosité totale varie de 0,6 à 0,8% pour les échantillons non fracturés à matrice à halite d'imprégnation et atteint 1,2% pour les échantillons à matrice avec peu de halite d'imprégnation (échantillons SBP21). In situ, on peut considérer que le sel phénoblastique non tectonisé et non décomprimé présente des porosités totales de l'ordre de 0,5 à 1,5%.

Pour les échantillons de sel phénoblastique à matrice carbonato-argileuse, les valeurs de porosité totale sont plus fortes, de l'ordre de 1,2 à 1,8% ce qui confirme les observations précédentes montrant une matrice non cimentée par la halite et donc plus poreuse.

Comme nous l'avons vu précédemment, la perméabilité sera pourtant faible car il n'y a pas une bonne interconnexion de la porosité accessible.

### **Les joints de sédimentation**

Ils peuvent être considérés comme un faciès de sel phénoblastique très riche en matrice carbonato-sulfatée ou carbonato-argileuse et possédant des valeurs de porosité totale identiques voire supérieures. Cependant ils permettent une connexion des pores à une échelle plus large du fait qu'ils sont en intercalation entre différents faciès. A porosité égale, la perméabilité sera plus forte le long de ces joints.

### **3.4.5. Conclusion**

Le tableau 3.3 récapitule les ordres de grandeurs que peut atteindre la porosité totale des différents faciès halitiques in situ (estimations).

A l'échelle du gisement, ces porosités sont très faibles, par contre, à l'échelle de la roche, ces porosités ne sont pas négligeables mais ne seront susceptibles de permettre des écoulements locaux entre les grains qu'avec l'ouverture des joints de grains lors de déformations ou lors d'une décompression, pour les faciès de sel laiteux et limpide.

Les circulations de saumures à travers la matrice du sel phénoblastique sont très limitées, par contre, elles peuvent être importantes dans les joints de sédimentation sans halite ou anhydrite d'imprégnation.

Au vu des grandes variabilités relatives dans la porosité des différents faciès et de l'altération des échantillons, les mesures effectuées restent insuffisantes, des mesures complémentaires seront nécessaires.

Faciès halitiques de la Bresse	porosité totale accessible (estimations in situ)	
	zone non décomprimée et non tectonisée	zone décomprimée ou tectonisée
macrocristaux de sel hyalin	nulle	> 0,1%
séquences de sel laiteux ou limpide	0.25% < n < 0.5%	> 1%
sel phénoblastique et joint de sédimentation à matrice carbonato-sulfatée à halite d'imprégnation	0,5 à 0,1%	> 1%
sel phénoblastique et joint de sédimentation à matrice carbonato-sulfatée sans halite d'imprégnation	0,5 à 1,5%	> 1.5%
sel phénoblastique et joint de sédimentation à matrice carbonato-argileuse sans halite d'imprégnation	1 à 2%	> 2%

Tableau 3.3: Estimation des porosités totales in situ des différents faciès halitiques de la Bresse à partir des résultats obtenus en laboratoire.

## **- CHAPITRE 4 -**

### **LES INCLUSIONS FLUIDES CONTENUES DANS LES FACIES HALITIQUES DU BASSIN BRESSAN**

#### **4.1. INTRODUCTION**

Il existe potentiellement plusieurs types de fluides dans les roches salifères du Bassin bressan :

- des fluides d'origine externe pouvant circuler ou se faire piéger dans la porosité comme nous l'avons évoqué aux chapitres 1 et 3;
- des fluides d'origine interne contenus dans les joints de grains entre les cristaux de halite, et mélangés ou non aux fluides d'origine externe, ce sont les inclusions fluides dites "intercristallines";
- des fluides entrant dans la constitution de certains minéraux (argiles);
- des fluides piégés dans les cristaux de halite lors de leur croissance, ce sont les inclusions fluides dites "infracristallines".

Il faut également mentionner que ces fluides peuvent se trouver sous deux états dans les faciès halitiques, l'état gazeux qui ne sera que très peu abordé dans cette étude car il nécessite des moyens d'analyses spécifiques, et l'état liquide constitué par des solutions saturées en sels dissous appelées "saumures".

L'observation des échantillons à l'oeil nu et des lames épaisses au microscope, montre très clairement les fortes proportions que peuvent atteindre les inclusions fluides dans les faciès halitiques. Elles sont donc susceptibles en cas de libération d'avoir une importance non négligeable dans d'éventuels écoulements à travers le gisement. Elles vont pouvoir également influencer la déformation géologique des faciès halitiques et se révéler être de bon marqueurs de l'évolution géologique du gisement.

L'objectif de ce chapitre est de caractériser ces inclusions de saumures par l'observation et de développer une méthode permettant de les quantifier.

#### **4.2. LES INCLUSIONS FLUIDES INTRACRISTALLINES**

Du point de vue de la genèse, on peut distinguer des inclusions fluides intracristallines "primaires" formées lors de la croissance des cristaux de halite durant la sédimentation évaporitique, des inclusions fluides intracristallines "pseudosecondaires" formées pendant la sédimentation ou la diagenèse précoce mais après la formation des cristaux de halite, et des

inclusions fluides intracristallines secondaires formées lors de recristallisations diagénétiques ou tectoniques.

#### **4.2.1. Origine des inclusions fluides intracristallines constituant la halite laiteuse**

Ce sont des inclusions fluides primaires comme l'atteste leur présence dans les cristaux de halite des zones de sédimentation évaporitique actuelle.

##### **Formation des cristaux de halite laiteuse**

Les cristaux de halite laiteuse se forment par précipitation chimique lors de l'évaporation de solutions sursaturées en sels dissous (saumures) et ceci lorsque le seuil de solubilité de NaCl est atteint (évaporation des 9/10<sup>èmes</sup> de la saumure). Dans le milieu de sédimentation la croissance des cristaux de halite est toujours imparfaite à cause du fort déséquilibre cristallogénétique engendré par un milieu de sédimentation (milieu de croissance) toujours très évolutif. A l'échelle des atomes, en régime diffusif, du fait de la vitesse de croissance élevée ou de la sursaturation de la saumure, l'accroissement des cristaux est irrégulier et se fait alternativement sur les arêtes des unités de croissance ou au centre des faces. Ce type de croissance dendritique est à l'origine de la création de cavités dans le réseau cristallin qui piègent les saumures originelles et donnent des inclusions fluides intracristallines dites primaires (clichés, planche 4.1). Les impuretés contenues dans les saumures originelles peuvent être également à l'origine de ces inclusions fluides primaires.

Cette croissance dendritique des cristaux de halite laiteuse se manifeste dans les zones de sédimentation, selon deux processus classiquement admis :

- la croissance en trémies qui se produit lorsque la surface de la saumure commence à se concentrer par évaporation et qu'un germe de cristal de halite plat se forme à l'interface air-saumure, ce germe s'agrandit par les quatre côtés exposés à la sursaturation avec une face à la surface de l'eau, il en résulte l'édification d'une pyramide flottant la pointe en bas. L'agrégation de ces trémies donne des croutes flottantes ("radeaux"). Par la suite, les cristaux tombent sur le fond du bassin de sédimentation et perdent leur orientation;
- la croissance en chevrons ou en cornets qui se fait sur le fond, sans influence de l'air et des saumures de surface. Elle est due au fait que les cristaux de halite ont certaines directions cristallines qui s'accroissent plus vite que d'autres. C'est le cas notamment de la face octaédrique (111) aux coins des cubes ou de la face (110), ou encore de la face (100) pour les cornets. Les germes se forment spontanément au fond de la lagune ou proviennent de trémies tombées et partiellement enfoncées dans la boue.

Ces structures en chevrons, cornets ou trémies sont révélées par le marquage des inclusions fluides intracristallines.

##### **Morphologie et état d'équilibre des inclusions fluides**

Ces inclusions fluides intracristallines apparaissent comme des cavités cubiques en "cristaux négatifs" où sont piégées les saumures. Cette forme



correspond à l'état d'équilibre entre la saumure piégée et le réseau cristallin de la halite hôte. Certains chevrons, cornets ou trémies, ont des inclusions cubiques ou rectangulaires avec des faces planes et des arêtes saillantes, d'autres possèdent des inclusions à faces arrondies et arêtes et coins émoussés (clichés g,h planche 4.1). L'orientation des cavités n'est pas aléatoire, leurs faces sont orientées selon les plans cristallins (100) de la halite.

La taille et le nombre des inclusions fluides dépend de la vitesse de cristallisation de la halite. Plus la croissance est rapide. Plus elles sont petites et nombreuses. La longueur d'arête des cavités varie de l'ordre de 1 à 100  $\mu\text{m}$  avec une moyenne à environ 5  $\mu\text{m}$ , l'espacement entre inclusions voisines varie dans les mêmes proportions. Cette répartition des inclusions fluides est à l'origine du terme "laiteux" employé pour la description macroscopique des faciès. La lactescence observée étant due à une répartition très dense des inclusions ce qui provoque une importante diffusion de la lumière incidente.

#### Contenu des inclusions fluides

Les saumures contenues dans ces inclusions fluides primaires correspondent aux saumures du milieu de sédimentation d'où sont issus les cristaux de halite mais dont la composition a été modifiée par les états d'équilibre successifs subis par les inclusions lors de la sédimentation et surtout lors de la diagenèse (augmentation des contraintes et de la température) voire même lors du prélèvement des carottes (décompression).

Les mesures des "températures de 1<sup>ère</sup> fusion" obtenues par P.Moge 1989 (communication orale) par microcryométrie, donnent des valeurs comprises entre  $-30^{\circ}\text{C}$  et  $-40^{\circ}\text{C}$  ce qui tend à caractériser plutôt un système  $\text{NaCl-H}_2\text{O} + \text{K}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{SO}_4^-$  en solution, donc une saumure riche en impuretés ioniques. La détection des gaz par spectrométrie Raman (P.Moge) a été négative, il n'y a apparemment pas de  $\text{CH}_4$ ,  $\text{CO}_2$ , ou  $\text{N}_2$  dissous dans ces inclusions. Ceci sera confirmé par les observations et analyses de comportement effectuées lors de cette étude (deuxième partie) qui indiquent que ces inclusions sont certainement monophasées.

Le dosage des ions composant les inclusions fluides intracristallines est toujours très délicat voire impossible car d'une part elles sont très petites (de l'ordre du  $\mu\text{m}$ ) et d'autre part, le réseau cristallin de la halite entourant ces inclusions contient également beaucoup d'impuretés ioniques ou minérales identiques à celles des inclusions, et il est quasiment impossible de séparer la halite des inclusions sans pertes ou contaminations. Des dosages ont cependant été effectués pour le brome, le potassium et le magnésium par R.Moretto (1987).

Dans le travail présenté ici, seule une étude qualitative a été réalisée au moyen d'analyses à la microsonde électronique des microcristaux ayant précipité à l'intérieur des cavités d'inclusions fluides. Les résultats sont donnés dans le tableau 4.1. La technique consiste à défocaliser le faisceau de la microsonde afin de balayer toute la cavité et de faire une analyse globale de ce qui a précipité dans cette cavité (clichés a,b,c planche 4.4). Il en ressort que ces inclusions fluides contiennent beaucoup de  $\text{Ca}^{2+}$ , de  $\text{Mg}^{2+}$  et un peu de  $\text{K}^+$ , il y a probablement un peu de  $\text{SO}_4^{2-}$ -associé aux autres ions dans les microcristaux précipités (sulfates).

élément	teneurs	erreur
Na	27%	0,5%
Cl	49%	0,5%
Ca	1,2%	12%
Mg	1,5%	12,5%
K	1,2%	25%

élément	teneurs	erreur
Na	37%	0,5%
Cl	57%	0,5%
Ca	0,2%	30%
Mg	0,4%	25%
K	0,4%	25%

élément	teneurs	erreur
Na	31%	0,5%
Cl	47%	0,5%
Ca	2,8%	12%
Mg	1,3%	12,5%
K	0,7%	25%

paramètres de l'analyse :

programme RUBENS 333 (CGGM -ENSMP)

Temps de comptage : 40 secondes

intensité : 20.55 - tension : 20 Kv

*Les erreurs sont des erreurs relatives*

**Tableau 4.1:** Analyses ponctuelles à la microsonde des précipitations d'inclusions fluides intracristallines de halite laiteuse

#### Répartition des inclusions fluides

Les chevrons et les cornets présentent une répartition des inclusions assez caractéristique avec des alternances irrégulières de zones laiteuses riches en inclusions fluides ("septa") et de zones claires sans inclusions (clichés b,c,e,f planche 4.1). Ces alternances seraient dues aux variations de vitesse de cristallisation entre le jour et la nuit (E.Roedder, 1984), les septa riches en inclusions ont cristallisé le jour sous une forte évaporation, les zones sans inclusions ont cristallisé la nuit à vitesse plus lente. L'intérieur des septa est constitué par une succession de plans de croissance plus ou moins riches en inclusions fluides. Cette succession est généralement attribuée à une variation régulière de la sursaturation lors des fortes concentrations durant la journée.

#### 4.2.2. Origine des inclusions fluides intracristallines isolées dans la halite limpide

Elles doivent être également considérées comme primaires, c'est à dire formées lors de la croissance du cristal de halite qui les contient.

#### Formation des cristaux de halite limpide

Les cristaux de halite limpide se forment lorsque le milieu de précipitation est calme, la saumure quasi immobile. Ceci est généralement le cas lors des évaporations de nuit, lors des remplissages de porosité entre les cristaux de halite laiteuse, lors de la croissance de phénoblastes de halite

dans le sédiment encaissant, ou encore lors de remplissage de cavités macroscopiques dans le sédiment.

Dans les cas précédents, la vitesse de croissance étant lente, le flux diffusif des ions vers la surface du cristal est régulier et plan ce qui explique l'absence d'inclusions fluides. Cependant, les surfaces d'iso-concentration peuvent du fait de la géométrie des cristaux, ou du fait de la présence d'impuretés, se resserrer au niveau des arêtes et provoquer une croissance dendritique mais régulière à l'origine d'inclusions fluides intracristallines de grande taille et isolées.

Cette halite limpide, car pauvre en inclusions fluides peut apparaître lors de la sédimentation par évaporation, lors de la diagenèse précoce par précipitation de saumures circulant dans la porosité, voire même lors de l'enfouissement géologique et de déformations tectoniques. Cette halite limpide de précipitation sédimentaire ne doit pas être confondue avec la halite limpide provenant des recristallisations dynamiques que l'on observe dans des gisements de sel déformés par la tectonique (dômes, diapirs) et qui ne montre jamais ce type d'inclusions fluides excepté sous forme de "reliques".

#### Morphologie et état d'équilibre des inclusions des cristaux de halite limpide

Leur taille est de l'ordre de 10  $\mu\text{m}$  à 1mm environ pour les plus grosses. Leurs formes sont très diverses, allant du cristal négatif cubique du même type que les inclusions de la halite laiteuse jusqu'à des formes non géométriques complexes pour les plus grandes avec de nombreuses facettes sans rapport avec les orientations cristallines de la halite; certaines peuvent être cependant subgéométriques (clichés e,h planche 4.2). La diversité des formes de ces cavités peut s'interpréter comme résultant d'un état de déséquilibre thermodynamique entre les saumures piégées et le réseau cristallin de la halite. Ce déséquilibre peut s'expliquer de plusieurs façons, le contenu et la taille de ces inclusions étant probablement impliqués. Nous reviendrons sur ce problème lors de l'étude du comportement de ce type d'inclusions fluides dans la deuxième partie de cette étude.

#### Contenu des inclusions fluides

Les études par microcryométrie effectuées par P.Moge 1989 (communication orale) donnent des "températures de 1<sup>ère</sup> fusion" de l'ordre de  $-25^{\circ}\text{C}$  pour ces inclusions ce qui indiquerait un système proche de  $\text{NaCl-H}_2\text{O}$  sans impuretés ioniques. Il indique également que les sulfates  $\text{SO}_4^{2-}$  n'existent que sous forme de minéraux (anhydrite) ce qui peut être a priori confirmé par l'observation de nombreuses inclusions solides (calcite, anhydrite, matière organique) dans ces inclusions de halite limpide surtout à l'intérieur des phénoblastes qui ont cristallisé au sein du sédiment.

Les analyses qui ont été effectuées à la microsonde suggèrent cependant la présence d'ions  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ , et  $\text{K}^{+}$  (tableau 4.2).

élément	teneurs	erreur
Na	38%	0,5%
Cl	57%	0,5%
Ca	0,12%	25%
Mg	0,15%	25%
K	---	---

élément	teneurs	erreur
Na	36%	0,5%
Cl	56%	0,5%
Ca	0,5%	10%
Mg	0,8%	10%
K	0,6%	12%

paramètres de l'analyse :

programme RUBENS 333 (CGGM -ENSMP)

Temps de comptage : 40 secondes

intensité : 20.55 - tension : 20 Kv

Les erreurs sont des erreurs relatives

**Tableau 4.2:** Analyses ponctuelles à la microsonde des précipitations d'inclusions fluides intracristallines isolées

#### Répartition dans les cristaux de halite limpide

Ces inclusions fluides sont disséminées aléatoirement dans toute la halite limpide, elles ont tendance à se regrouper suivant leur taille dans les différents types de halite limpide, ce qui est en partie dû à leur origine.

Les inclusions de taille supérieure à 500µm ont en général les formes les plus complexes (clichés g,h planche 4.2). Elle se retrouvent toujours isolées mais en plus grand nombre dans les macrocristaux. Elles sont également isolées mais plus rares dans les phénoblastes et la halite limpide des faciès de sel laiteux.

Les inclusions de taille moyenne entre 50 et 500µm ont des formes généralement subgéométriques, la plupart du temps rectangulaires ou triangulaires. Elles accompagnent les grosses inclusions citées précédemment par petits groupes d'une dizaine d'inclusions en moyenne. On les trouve également en grand nombre dans la halite limpide de cimentation et dans la halite limpide syntaxique des faciès de sel laiteux.

Les inclusions de taille moyenne à petite entre 10 et 100µm sont soit sous forme de cristaux négatifs cubiques à rectangulaires et situées surtout dans la halite limpide syntaxique en bordure des chevrons et cornets, soit sous forme arrondie et en groupes espacés dans la halite limpide de cimentation (clichés a,b,c planche 4.2).

Certaines inclusions fluides présentent un aspect particulier, elles entourent de grosses impuretés et notamment les cristaux d'anhydrite (cliché i, planche 4.2).

#### **4.2.3. Origine des inclusions fluides en groupes alignés suivant des plans cristallins**

Ce sont des inclusions que l'on trouve toujours dans la halite limpide, elles ont des formes très particulières et une origine très différente des inclusions mentionnées précédemment.

On peut en observer deux types distincts :

Certaines ont des formes en cristaux négatifs parallélépipédiques, aplaties ou allongés, de taille petite à moyenne (10 à 100  $\mu\text{m}$  environ), (clichés a,b,c,d planche 4.3). Elles sont réparties dans des plans cristallins isolés correspondant généralement au plan (100) dont on sait qu'il est celui du clivage facile dans la halite. Elles proviennent vraisemblablement de la fermeture de clivages ou de la coalescence de cristaux cubiques lors de la sédimentation ou de la diagenèse précoce ce qui a conduit au piégeage des films de saumures dans les joints de clivage. Ces films ont ensuite évolué en canaux, en formes de "flaques" ou de "tubes" comme pour les joints de grains puis les inclusions se sont équilibrées prenant une forme extérieure en cristaux négatifs lors de l'enfouissement.

Le deuxième type correspond à des inclusions fluides très plates à formes subgéométriques et souvent reliées entre elles (clichés f,g,h,i planche 4.3). Elles sont également dues à des clivages refermés mais qui ont une origine beaucoup plus récente, soit lors de déformations in situ soit même lors du prélèvement des échantillons ou des manipulations en laboratoire. Elles s'équilibrent rapidement avec la halite, mais pas encore totalement par rapport au premier type d'inclusions.

Les surfaces du clivage se soudent syntaxiquement en piégeant les saumures. Il ne reste en définitive plus de trace du joint de clivage contrairement au joint de grain.

#### **4.3. LES INCLUSIONS FLUIDES INTERCRISTALLINES**

##### **4.3.1. Introduction**

On désigne sous ce terme l'ensemble des fluides susceptibles d'être piégés dans les joints de grains des faciès de sel laiteux ou du sel limpide. On peut également étendre ce terme aux fluides susceptibles d'être contenus dans la porosité de la matrice pour le sel phénoblastique. Il est important de savoir si ces fluides sont présents in situ, puis il faut si possible essayer de les quantifier.

Dans le chapitre 3, les observations des joints de grains de halite au microscope ont permis de mettre en évidence des morphologies particulières en réseaux de canaux en flaques, en tubes ou en inclusions. Ces morphologies donnant une certaine porosité sont caractéristiques de figures de corrosion dues à la présence de saumures contenues originellement dans ces joints. Ce sont en fait des marqueurs d'inclusions de saumures intercristallines.

Par ailleurs, il faut noter que lorsqu'on ouvre un joint de grain, une forte odeur d'hydrocarbures s'en dégage et ceci dans tous les échantillons

testés, cela confirme bien la présence de gaz également piégé dans ces joints de grains.

#### **4.3.2. Origine des fluides**

Deux remarques importantes peuvent être tirées de l'observation des joints de grains :

- quasiment tous les joints de grains de halite présentent des figures de corrosion ce qui atteste la présence de saumures à un moment donné;
- les joints de grains observés ne contiennent que peu de saumures, ceci vient probablement du fait qu'elles ont disparu lors du prélèvement et du stockage des carottes ou lors des manipulations des échantillons.

Plusieurs origines de saumures sont toutefois possibles, ce qui rend l'étude de ces inclusions plus difficile :

- les saumures peuvent être primaires, c'est à dire issues de la saumure mère, elles ont été piégées entre les grains de halite lors de la cristallisation et vont initialement former un film fluide dans un joint à surface lisse;
- les saumures peuvent être secondaires, infiltrant la roche postérieurement à la sédimentation. Lors de la diagenèse et de l'enfouissement, elles vont éventuellement pénétrer des joints de grains ayant déjà des figures de corrosion;
- les saumures peuvent correspondre à l'humidité ambiante de l'air lors du stockage des carottes ou lors de la manipulation des échantillons comme on peut le voir sur la planche 4.4 (cliché i) montrant des clivages créés artificiellement lors de la confection de lames épaisses, remplis d'eau provenant de la condensation de l'humidité ambiante qui s'est infiltrée par capillarité du fait de l'hygroscopie de la halite.

Les gaz présents dans ces roches proviennent de l'évolution de la matière organique piégée lors de la sédimentation. De la matière organique résiduelle peut être observé dans les cristaux de halite (chapitre 2) où elle est restée sous forme solide, dans certaines inclusions fluides et dans certains joints de grains où elle a évolué en hydrocarbures liquides et gazeux.

#### **4.3.3. Interaction saumures intercristallines - halite**

Les inclusions intercristallines que l'on peut observer sur les clichés g et h de la planche 4.4 correspondent à la condensation de l'humidité qui a pénétré par capillarité dans un joint ouvert ou un clivage artificiel à surface lisse. Celles du cliché b correspondent également à de l'humidité piégée dans un joint de halite de sel recristallisé à surface lisse.

Il est clair que ces inclusions se sont formées par rupture d'un film fluide originellement continu entre les grains, dont on peut apercevoir une relique en "flaque" sur le cliché h (planche 4.4).

**Planche 4.1: Inclusions fluides intracristallines primaires,  
monophasées, constituant les chevrons, cornets et  
trémies.**

Cliché a - Chevron observé dans le plan de stratification.

Cliché b - Trémies.

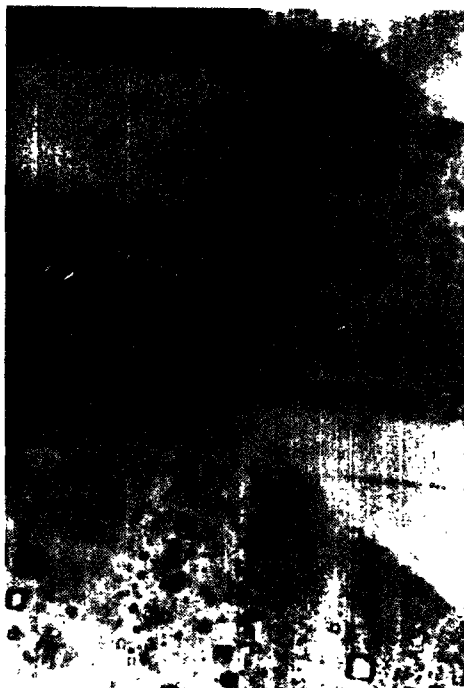
Cliché c - Chevron montrant les alternances de bandes claires (halite limpide)  
et de bandes sombres contenant les inclusions fluides et qui ont  
été tronquées par dissolution et remplissage lors de la  
sédimentation.

Clichés d,e,f - Détail de chevrons.

Clichés g,h - Détail des inclusions à cavités arrondies constituant les  
chevrons.



cliché a ————— 100 μm



cliché b ————— 100 μm



cliché c ————— 100 μm



cliché d ————— 100 μm



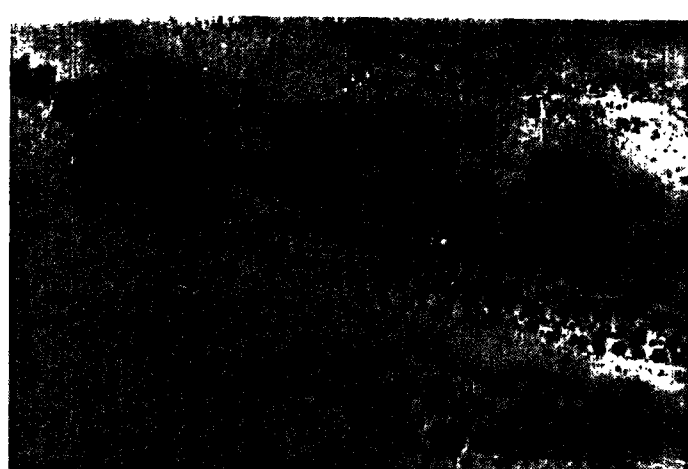
cliché e ————— 100 μm



cliché f ————— 100 μm



cliché g ————— 50 μm



cliché h ————— 100 μm



**Planche 4.2: Clichés photographiques pris au microscope des inclusions fluides intracristallines primaire isolées dans la halite limpide.**

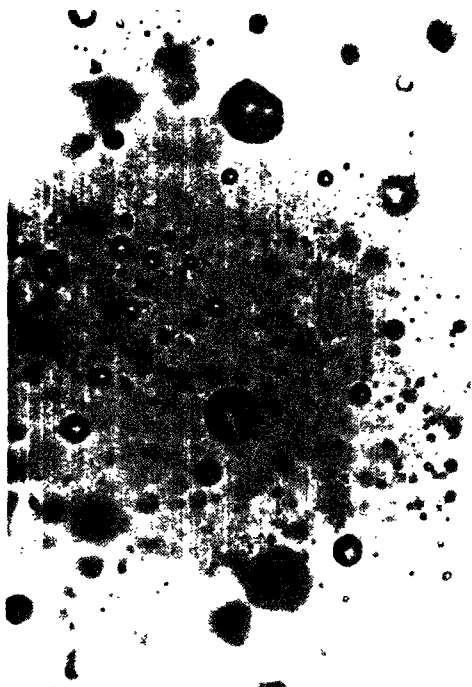
Clichés a,b,c - Groupe d'inclusions espacées, de taille moyenne et à formes irrégulières.

Cliché d - Inclusion isolée de petite taille et aplatie.

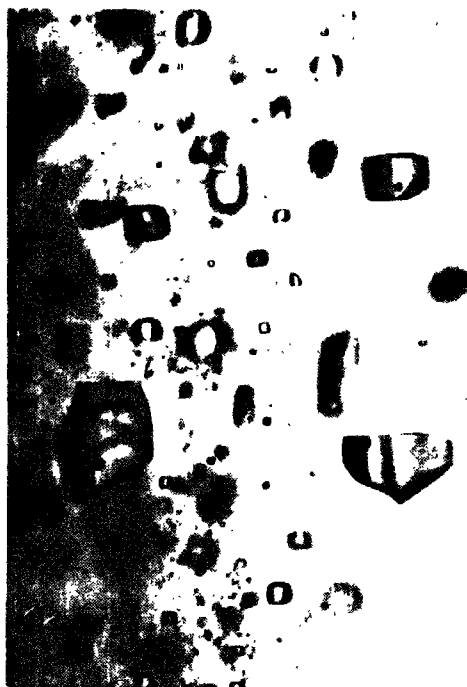
Clichés e,f - Inclusions isolées de grande taille à formes pseudogéométriques (e) ou à formes complexes (f), souvent biphasées (saumure + inclusions solides).

Clichés g,h - Inclusions isolées de grande taille à formes complexes avec des facettes indépendantes des directions cristallines de la halite, souvent biphasées (saumure + inclusions solides).

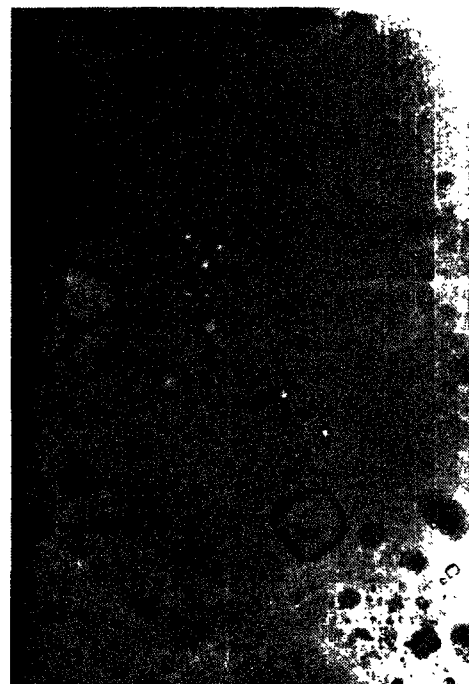
Cliché i - Inclusion de grande taille englobant des cristaux d'anhydrite en baguettes.



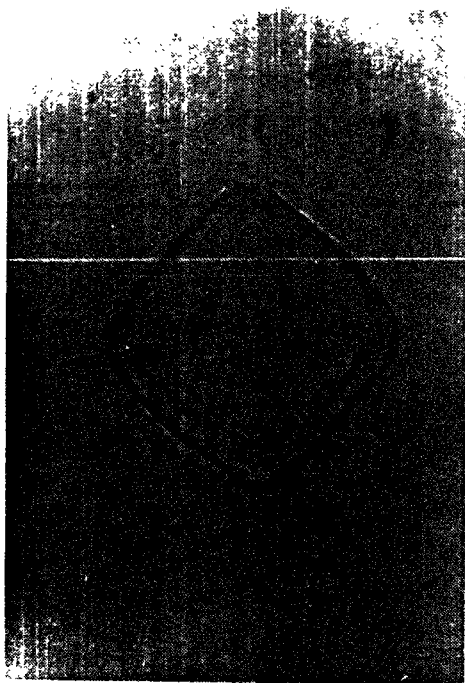
cliché a 100  $\mu$ m



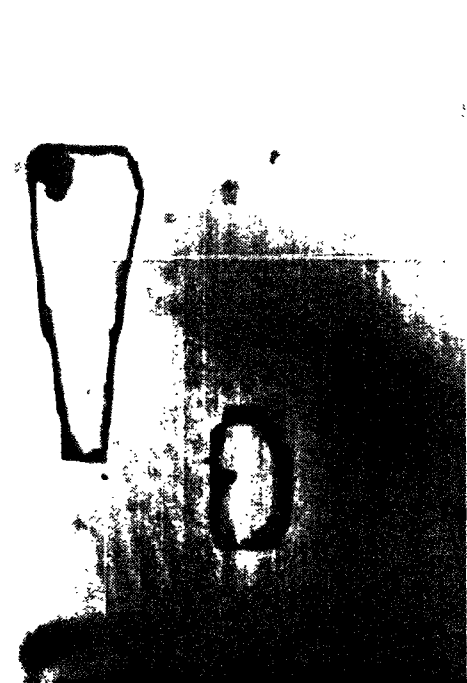
cliché b 100  $\mu$ m



cliché c 100  $\mu$ m



cliché d 50  $\mu$ m



cliché e 100  $\mu$ m



cliché f 100  $\mu$ m



**Planche 4.3: Clichés photographiques pris au microscope lors des observations d'inclusions fluides réparties selon des plans cristallins privilégiés.**

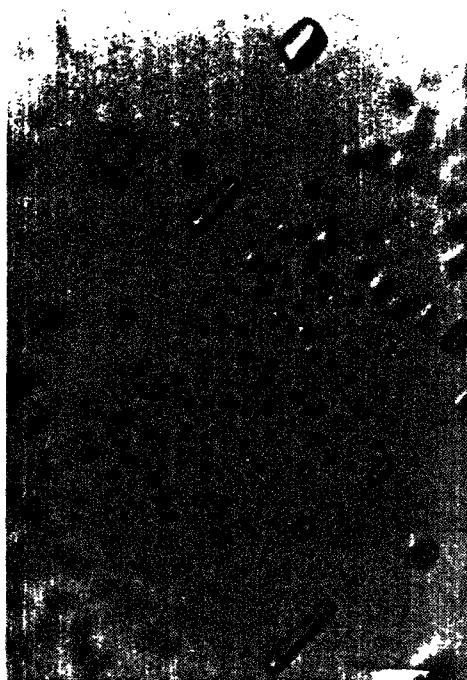
Clichés a,b,c - Inclusions fluides pseudosecondaires de petite taille à formes allongées ou aplaties (c) et toutes orientés selon une direction cristalline.

clichés d - Inclusions fluides pseudosecondaires allongées contenant des saumures et un fluide à faible réflectance (noir), probablement des hydrocarbures.

Cliché e - Inclusions fluides secondaires dans un clivage montrant un reste d'un film fluide originel en cours d'évolution pouvant être à l'origine des inclusions de grande taille à morphologie complexes.

Clichés f,g,h - Inclusions fluides secondaires plates et allongées dans un clivage récent.

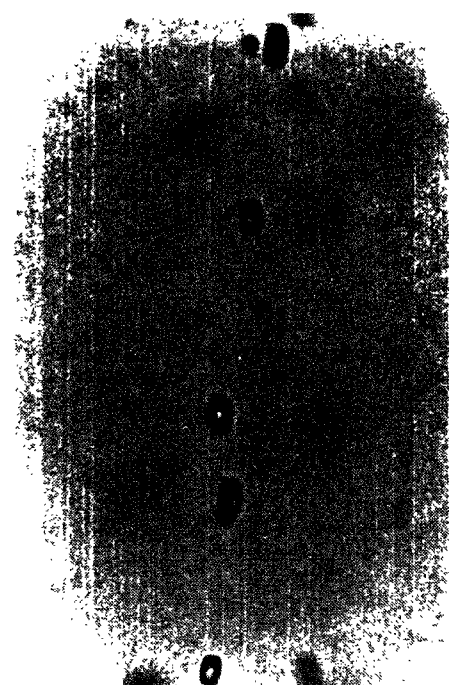
Cliché i - Inclusions fluides secondaires dans un clivage montrant un reste de film fluide (humidité).



cliché a 100 μm



cliché b 1 mm



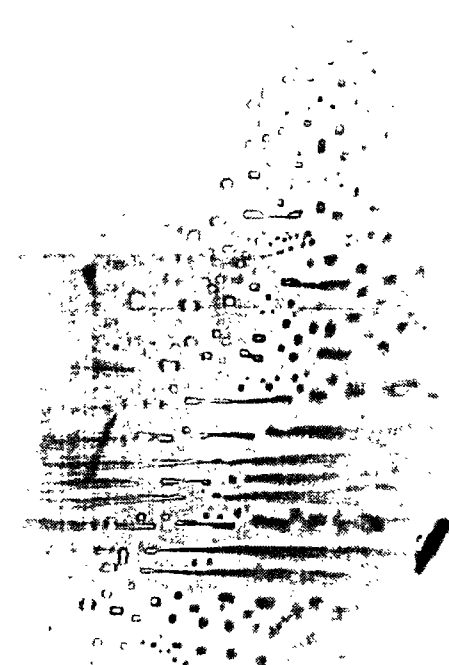
cliché c 100 μm



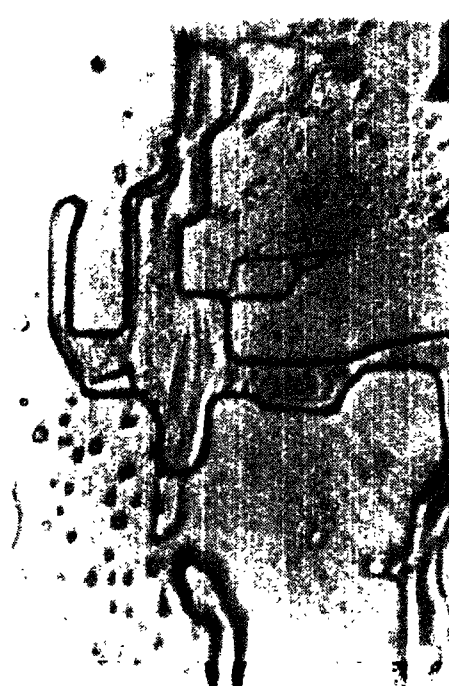
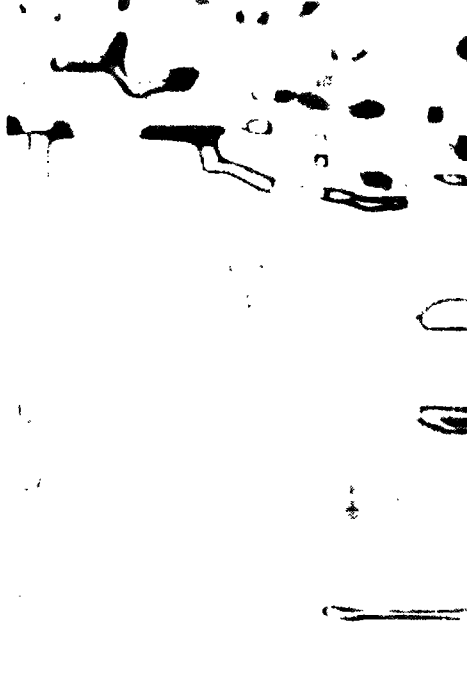
cliché d 100 μm



cliché e 1 mm



cliché f 100 μm



**Planche 4.4: Clichés photographique d'inclusions fluides intracristallines pris au M.E.B. et d'inclusions fluides intercristallines observées au microscope optique.**

Clichés a,b,c - Précipités formés par évaporation du contenu d'une inclusion fluide intracristalline après clivage du cristal de halite en vue de sont observation au M.E.B.

Clichés d,e,f - Inclusions fluides intracristallines primaires observées au M.E.B.

Cliché g - Inclusions intercristallines en tubes présentant dans certains cas une réflectance sombre due à un remplissage partiel (sel limpide de Bresse).

Cliché h - Film fluide du à la condensation de l'humidité et évoluant en inclusions intercristallines par contraction (joints de grains des faciès de sel recristallisé de Asse).

Cliché i - Inclusions intercristallines dûes à la condensation de l'humidité, dans des clivages provoqués par le polissage.



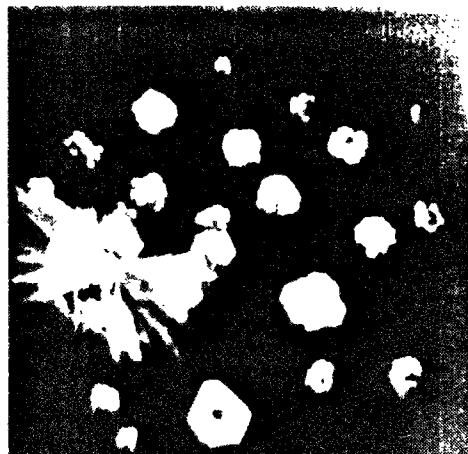
cliché a

100  $\mu$ m



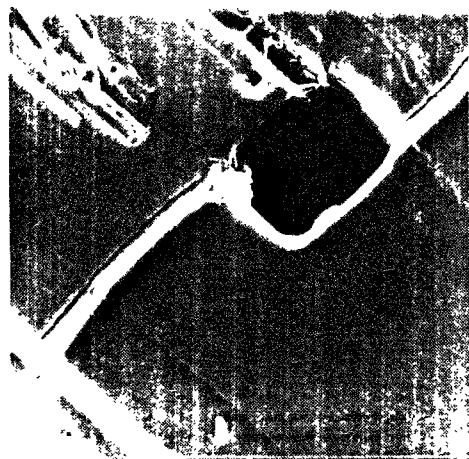
cliché b

10  $\mu$ m



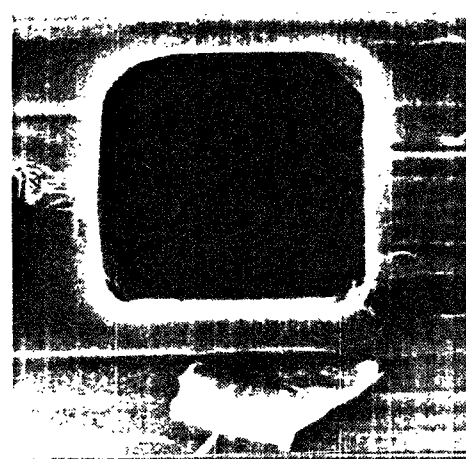
cliché c

10  $\mu$ m



cliché d

50  $\mu$ m



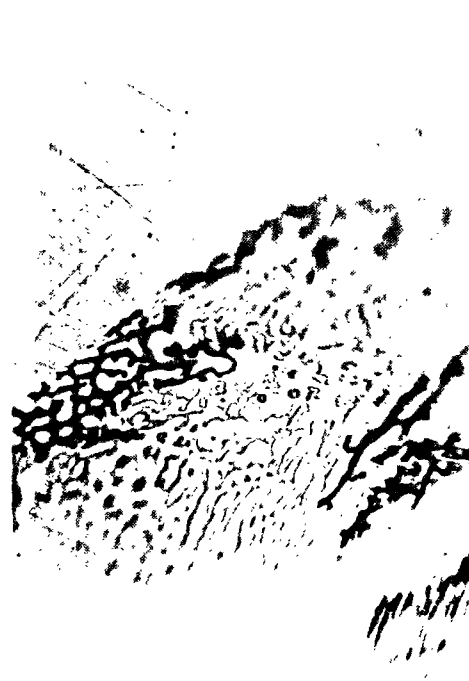
cliché e

10  $\mu$ m



cliché f

100  $\mu$ m



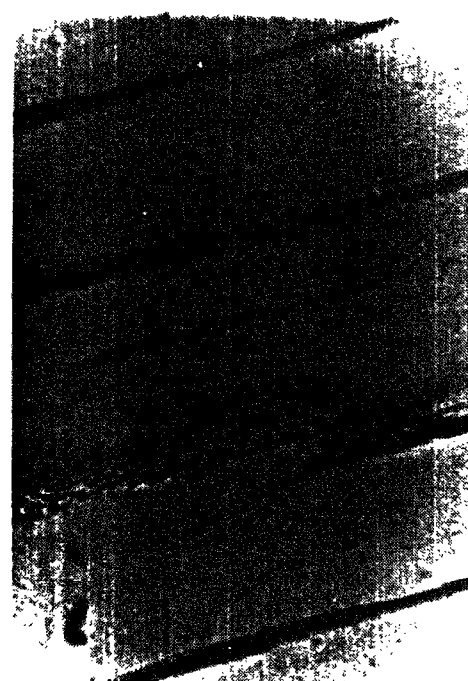
cliché g

1 mm



cliché h

1 mm



cliché i

1 mm

Cette rupture du film fluide en flaques puis en tubes et en inclusions, est due à l'interaction entre la saumure et le réseau cristallin de la halite de part et d'autre du joint. L'équilibre entre la saumure et la halite va se faire par un mécanisme de dissolution-cristallisation (que nous aborderons en détail dans la deuxième partie) contrôlé par les énergies de surface.

La saumure va tendre à se contracter en forme de gouttellettes et de tubes qui théoriquement doivent devenir de plus en plus géométriques jusqu'à la forme du "cristal négatif" (équilibre parfait entre la saumure et le réseau cristallin de la halite, stade 4 de la figure 4.1).

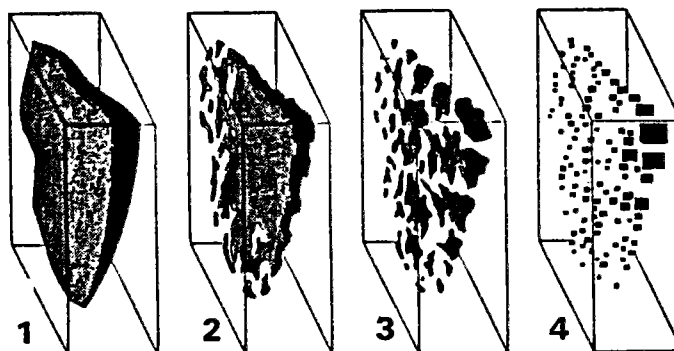


Figure 4.1: Les différents stades d'évolution thermodynamique d'un film de saumure dans un clivage ou un joint de grain (d'après Roedder, modifié)

C'est vraisemblablement par ce processus que se sont formés les groupes d'inclusions fluides intracristallines distribuées dans des plans cristallins que l'on a observé précédemment. Il se forme dans ce cas des cristaux négatifs probablement parce que le clivage correspond à un plan cristallin principal de la halite (100), les atomes des surfaces se correspondent et les forces de cohésion sont suffisantes pour que les faces puissent se ressouder facilement. Par contre, dans le cas d'un joint de grain, les atomes des surfaces ne se correspondent pas car les grains n'ont a priori pas la même orientation ce qui gêne la liaison par croissance de halite entre les surfaces de grain, ainsi l'équilibre parfait n'est pas atteint et les inclusions ou les tubes dans le joint gardent des formes arrondies et non géométriques (stade 3 de la figure 4.1). Le cliché e (planche 4.4) permet de penser que certaines inclusions de grande taille à formes complexes peuvent avoir également ces processus pour origine.

#### 4.4. ESTIMATION DE LA TENEUR EN SAUMURES DES DIFFERENTS FACIES HALITIQUES

##### 4.4.1. Le problème de la quantification des fluides dans les roches halitiques

La mesure de la teneur en fluides des roches halitiques n'est pas aisée. De nombreuses études antérieures ont essayé de l'estimer par différentes méthodes. Le premier problème vient de ce qu'il y a plusieurs types de fluides dans les roches halitiques.

## Les gaz

Pour les gaz, peu d'analyses quantitatives du volume ponctuel existent car elles sont difficiles à réaliser. La quantité de gaz libéré par les roches salifères va dépendre de la température. A température ambiante c'est un problème connu globalement dans les mines de sel où de potasse. Nous n'aborderons pas ici la quantification des gaz.

## L'eau de constitution de certains minéraux

La proportion d'eau de constitution des minéraux tel que le gypse mais surtout les argiles peut être importante dans les roches, elle est a priori faible pour les faciès halitiques de la Bresse par rapport aux saumures provenant de la halite du fait de l'absence du gypse en profondeur et de la faible proportion des argiles (chapitre 2). Toutefois, elle ne doit pas être négligée. Pour des raisons pratiques, elle n'a pas pu être mesurée.

## Les saumures intercristallines

In situ, la quantité de fluides contenus dans la porosité et notamment dans les joints de grains de halite est probablement bien supérieure à celle que l'on peut observer ou quantifier directement sur les échantillons disponibles car, comme on l'a vu en introduction à ce travail, une grande partie de ces fluides a disparu lors des prélèvements et surtout lors de la conservation des carottes. E.Roedder (1982, 1984) estime que pour les gisements de sel stratiformes, les joints de grains de halite peuvent être considérés comme remplis, et qu'ils contiennent environ 1% en poids d'eau.

## Les saumures intracristallines

En ce qui concerne les fluides contenus à l'intérieur des cristaux de halite, de nombreux auteurs ont effectué des analyses thermogravimétriques (ATP). Elles consistent à broyer un petit échantillon (1 à 2g) puis à le chauffer en le pesant. La perte de poids finale lorsque l'on considère que toute l'eau s'est libérée, correspond à la teneur en eau de l'échantillon. Cette méthode paraît simple mais elle est en fait très délicate à réaliser. Il faut obtenir au broyage une taille de grain supérieure à la taille des inclusions fluides mais suffisamment petite pour permettre la libération de l'eau par migration ou éclatement, ce qui est difficilement réalisable car de très nombreuses inclusions ont une taille supérieure à 100µm voir 500µm et des grains de cette taille ne permettent pas la libération des petites inclusions. En fait, lors des mesures, les inclusions libérées lors du broyage ne sont pas prises en compte, et lors du chauffage, d'autres ne sont pas libérées.

Par cette technique les valeurs obtenues sur des faciès de sel stratiforme identiques à ceux de la Bresse, sont de l'ordre de 0,1 à 0,5% en poids (Jenk, Clairborne, Powers, Bradshaw, McClain dans Roedder et Chou, 1982). E.Roedder (1982,1984) pense que ces valeurs sont sous-estimées et donnent des teneurs globales variables de l'ordre de 0,1 à 1,7% en poids. Du fait de la technique de mesure utilisée, ces valeurs sont difficiles à manier. la mesure ATP correspond à une teneur pondérale de H<sub>2</sub>O qui ne peut pas être rapportée à des teneurs volumiques car une très grande partie des ions qui accompagnent l'eau dans la saumure constituant les inclusions, ont précipité et ne sont pas pris en compte dans le poids mesuré. D'autre part, les échantillons étant très petits, ces mesures ne sont représentatives qu'à l'échelle des cristaux (0,5 mm en moyenne) ce qui impose des extrapolations.



Pour le sel de la Bresse, R. Moretto (1987) a utilisé les concentrations en brome dans les inclusions fluides et dans la halite pour estimer le volume des saumures. La méthode est intéressante mais dépend beaucoup du coefficient de distribution du brome lors de la précipitation de la halite qui peut être très variable. Il obtient cependant des teneurs volumiques de l'ordre de 2 à 6% avec une mesure à 12%.

#### **4.4.2. Quantification indirecte des inclusions fluides intercristallines**

##### **Hypothèse**

Dans le chapitre 3, il a été mis en évidence que la porosité mesurée dans le cas des faciès halitiques purs (laiteux ou limpides) représentait le volume des joints de grains entre les cristaux de halite. Si on fait l'hypothèse de E. Roedder qui consiste à dire qu'in situ, ces joints de grains sont remplis de saumures, on peut alors utiliser les volumes de porosité pour estimer indirectement la teneur volumique de ces saumures.

Lors du paragraphe précédent, nous avons montré que les figures de corrosion étaient présentes dans tous les joints de grains de halite ce qui indique qu'in situ, des saumures sont présentes dans ces joints de grains et qu'elles ont en partie ou en totalité disparu lors des prélèvements ou des manipulations des échantillons. L'hypothèse des joints de grain remplis de saumure est donc plausible, il faut simplement prendre en compte la compressibilité des grains de halite qui va faire diminuer légèrement l'espace poreux. Les valeurs de porosités obtenues lors du chapitre 3 peuvent être utilisées pour une quantification indirecte des teneurs en saumures.

##### **Résultats**

Les valeurs de porosité in situ pour les échantillons de sel laiteux et limpides sont comprises entre 0.25% et 0.5%. On peut donc considérer que la teneur moyenne en inclusions fluides intercristallines de ces faciès in situ est de l'ordre de 0,25 à 0,5% vol.

Dans le cas du sel phénoblastique, seule la porosité de matrice des faciès carbonato-argileux peut être remplie. Il n'y a pas d'équilibre entre la saumure et les constituants de cette matrice, mais certains composants micritiques sont corrodés (clichés f,g,h planche 3.4, chapitre 3) On peut donc objectivement prendre en compte au minimum la porosité de joints de grains qui est de l'ordre de 0,5% et au maximum la porosité de matrice de l'ordre de 1,5 à 2%, ce qui correspond à une teneur moyenne en inclusions fluides intercristallines comprise entre 0,5% et 2% vol. pour le sel phénoblastique à matrice carbonato-argileuse, comprise entre 0,5% et 1% vol. pour le sel phénoblastique à matrice carbonato-sulfatée sans halite d'imprégnation et de l'ordre de 0,5% pour le sel phénoblastique à matrice carbonato-sulfatée à halite d'imprégnation.

#### 4.4.3. Quantification indirecte des inclusions fluides intracristallines des différents faciès halitiques de la Bresse

##### Introduction

Une méthode originale de mesure de la teneur en saumures intracristallines de la halite a été développée au cours de ce travail. Elle est basée sur la mesure de la masse volumique des échantillons de halite pure qui est toujours inférieure à celle de la halite théorique du fait de la présence d'inclusions fluides à faible masse volumique. Cette méthode peut comme dans le cas de l'ATP paraître simple, mais en pratique, elle est également délicate à mettre en oeuvre et nécessite beaucoup de précautions. Elle requiert surtout des moyens de mesure très précis de la masse volumique des échantillons, au delà de la précision de routine.

##### Calcul de la teneur en saumures intracristallines par mesure des masses volumiques

Si on considère le squelette solide d'un agrégat de cristaux de sel pur dont on a mesuré la masse volumique et connaissant la masse volumique de la halite pure et de la saumure, on peut obtenir facilement la teneur pondérale et volumique en saumure à partir des calculs présentés sur la figure 4.2.

Ceci paraît simple mais pose cependant beaucoup de problèmes qu'il a fallu résoudre.

##### Détermination de la masse volumique de la halite pure

Une courbe représentant la variation de la masse volumique de la halite synthétique pure en fonction de la température a été tracée à partir des valeurs données par le NBS Monographie 167 (physical properties data for Rock Salt, figure 4.3).

##### Détermination de la masse volumique des inclusions fluides

C'est l'un des problèmes majeurs de cette méthode car des mesures directes de la masse volumique des inclusions fluides intracristallines sont difficilement réalisables. De plus elles varient probablement d'une inclusion à l'autre. Une détermination indirecte a donc été recherchée :

- des mesures de la masse volumique de solutions saturées de halite pure de la Bresse et d'eau déminéralisée (système  $\text{NaCl-H}_2\text{O}$ ), à l'aide de pycnomètres classiques en bain thermostaté ont donné des valeurs comprises entre 1,15 et 1,20 g/cm<sup>3</sup> à 20°C. La valeur théorique étant de 1,35 g/cm<sup>3</sup> (calculée à partir des masses atomiques de Na, Cl, H, O et de la solubilité de la halite dans l'eau);
- les valeurs données par le NBS Monographie 167 sont de l'ordre de 1,20 g/cm<sup>3</sup> à 20°C pour le même système de solution saturée  $\text{NaCl-H}_2\text{O}$ ;
- des valeurs de masse volumique allant de 1,20 à 1,35 g/cm<sup>3</sup> pour des concentrations en  $\text{MgCl}_2$  croissantes ont été obtenues par certains auteurs ce qui est intéressant dans notre cas dans la mesure où les inclusions fluides concernées sont riches en  $\text{Mg}^{2+}$  et  $\text{Ca}^{2+}$ ;

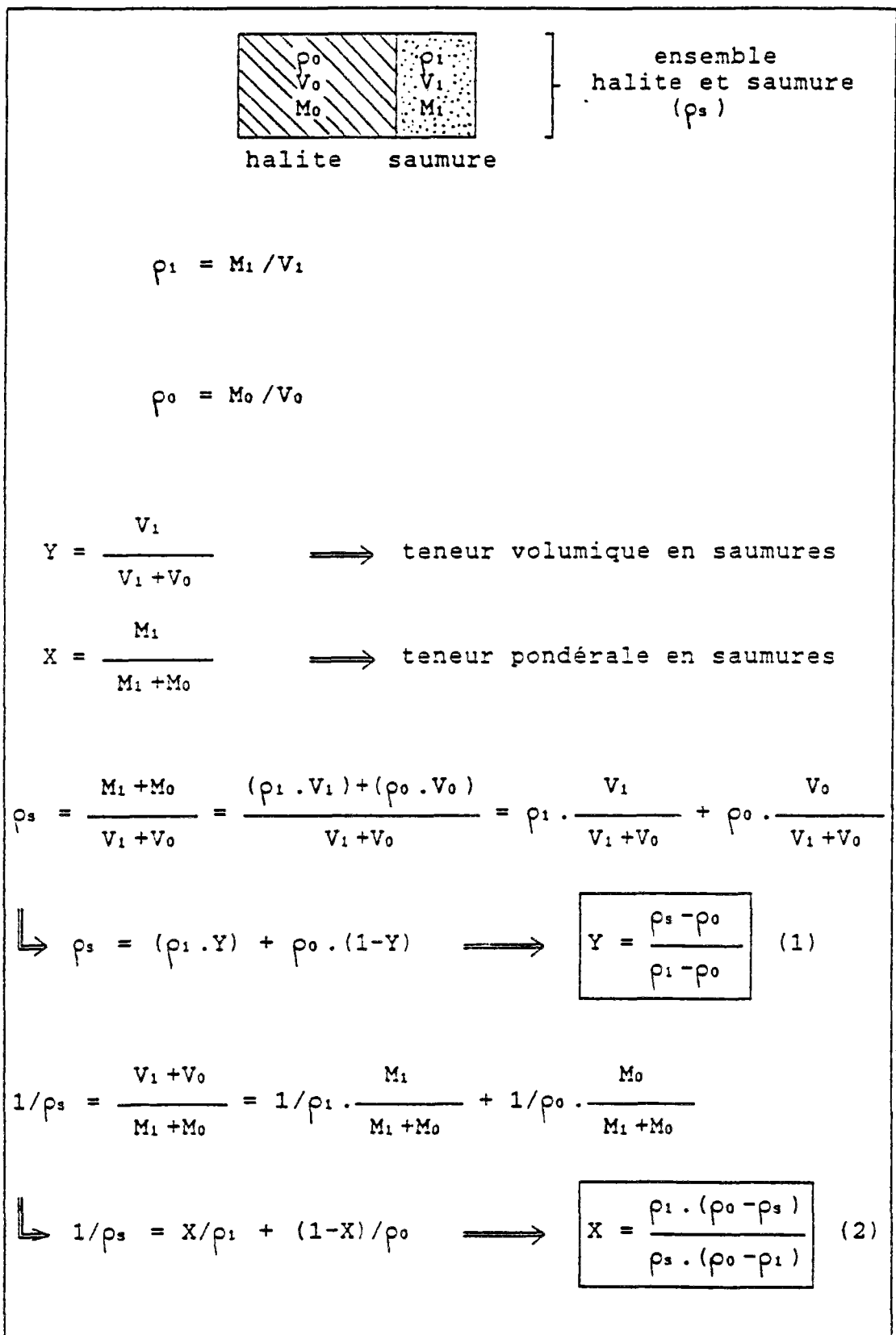


Figure 4.2: Principe de la détermination de la teneur en saumure du squelette solide de polycristaux de halite

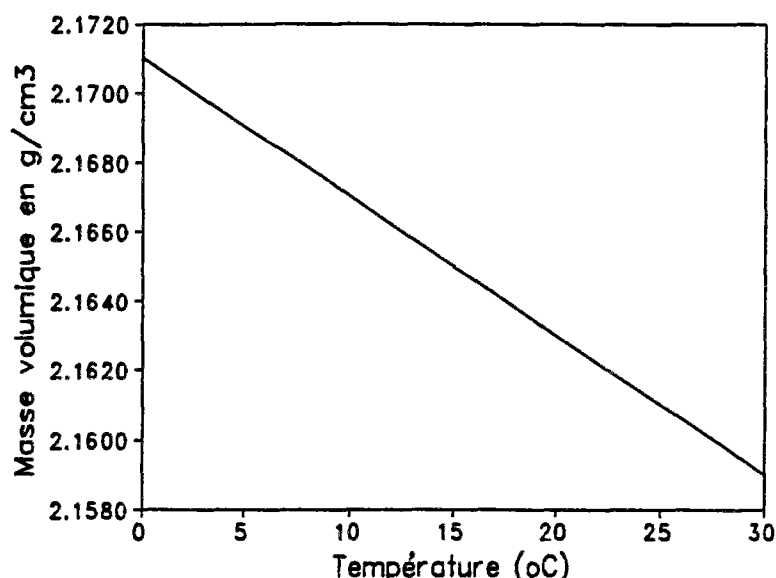


Figure 4.3: Masse volumique de NaCl pur en fonction de la température (en partie d'après les données du NBS monographie 167).

- enfin Roedder (1982) estime la masse volumique des saumures intracristallines à 1,35 g/cm³.

Les calculs ont été effectués pour une valeur moyenne de 1,30 g/cm³ comprise entre une valeur de 1,20 g/cm³ correspondant à une teneur minimale en inclusions fluides et une valeur de 1,40 g/cm³ correspondant à une teneur maximale en inclusions fluides pour l'échantillon mesuré.

#### Problème de la présence des minéraux non halitiques

Il faut que le squelette solide des échantillons mesurés soit constitué de halite pure pour pouvoir appliquer les calculs de teneurs en saumures. Cependant, il est rare qu'il n'y ait pas de faibles quantités de minéraux non halitiques dans les faciès de sel de la Bresse. Il a donc été nécessaire dans un premier temps de sélectionner des échantillons avec le minimum de minéraux non halitiques observés au microscope. Dans un deuxième temps après chaque mesure de masse volumique, les échantillons ont été dissous dans de l'eau déminéralisée et la proportion des minéraux non halitiques mesurée. Si elle s'avère supérieure à 1% poids, la valeur de masse volumique de l'échantillon est corrigée par le calcul suivant :

$$\rho_s \text{ corrigé} = (1-X)/[(1/\rho_s \text{ mesuré})-(X/\rho_{\text{insoluble}})] \quad (3)$$

avec  $X$  = proportion de minéraux insolubles

Ceci fait qu'il n'est pas possible de mesurer la teneur en inclusions fluides intracristallines des faciès de sel phénoblastique ou de sel mixte laiteux/phénoblastique. Seules les inclusions fluides des séquences de sel laiteux ou limpide peuvent être mesurées précisément. Pour les faciès non quantifiables par cette méthode, des estimations seront proposées sur la base d'observations et de comparaisons. Il est à noter toutefois que leurs teneurs

en saumures intracristallines sont nettement inférieures à celles des faciès de sel laiteux.

### Méthodes de mesure des masses volumiques

#### Introduction

Ces méthodes vont permettre de mesurer la masse volumique d'échantillons de taille variable. Deux techniques de mesures de la masse volumique du squelette solide de l'échantillon ont été mises au point. L'une, la pesée hydrostatique au décane déjà utilisée pour les mesures de porosité permet d'avoir la masse volumique d'échantillons de gros volume ( $50 \text{ cm}^3$ ) pratiquement de la taille en carotte d'une séquence de sel laiteux, l'autre à l'aide du pycnomètre à hélium permet la mesure très précise de la masse volumique d'échantillons de taille plus petite ( $3 \text{ cm}^3$ ) ce qui permet d'estimer par exemple la teneur en inclusions fluides de zones très laiteuses, de zones moyennement laiteuses ou de zones limpides et ceci dans une même séquence.

#### Technique de la pesée hydrostatique

Cette méthode est identique à celle décrite lors des mesures de la porosité totale au décane (chapitre 3). Elle consiste à saturer l'échantillon en décane puis de faire la pesée hydrostatique dans le décane, on obtient ainsi  $M_{\text{hydr.}}$ . Connaissant la masse du squelette solide ( $M_s$ ) et la masse volumique du décane à la température voulue (figure 4.4), on peut facilement calculer le volume du squelette solide et en déduire la masse volumique  $\rho_s$  (figure 3.6, chapitre 3).

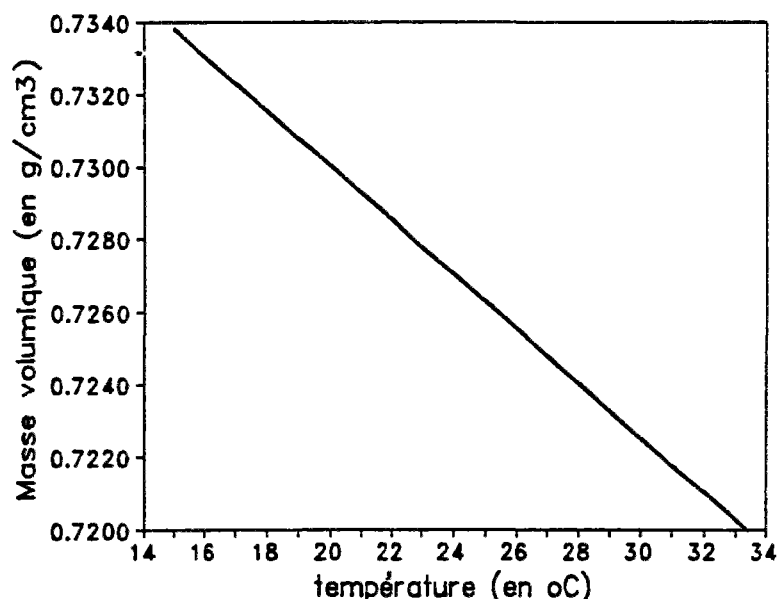


Figure 4.4: Masse volumique du décane liquide en fonction de la température (d'après les données de Riddick et Bunger, 1959)

A l'exception du fait qu'il faut prendre beaucoup de précautions pour faire les pesées à température constante et avec une balance de précision  $10^{-4}\text{g}$ , le principal problème est de connaître la masse  $M_s$  c'est à dire la masse du squelette solide sans les fluides ou l'humidité contenue dans les joints de grains et en surface de l'échantillon. Comme dans le cas des mesures de porosité, la masse  $M_s$  est mesurée en fin de manipulation, après désaération

de l'échantillon sous vide, en considérant que cette désaération et la saturation au décane a éliminé la plus grande part possible des fluides contenues dans la porosité. Les mesures de porosité totale au mercure (chapitre 3) ont mis en évidence que le décane ne pénètre pas toute la porosité ce qui va induire une erreur sur la mesure de  $M_s$ . On peut cependant estimer la proportion de fluides résiduels (non éliminés et intégrés dans la valeur de  $M_s$ ) : si on fait l'hypothèse, réaliste au vu des observations microscopiques, qu'un tiers de la porosité non atteinte est remplie de saumure, compte tenu de la porosité qui est de l'ordre de 0,6%, cela donne une teneur de 0,1% vol. de saumure donc une teneur inférieure à 0,1% poids. Les corrélations avec les mesures au pycnomètre à hélium (cf résultats) montrent que cette valeur est probablement encore plus petite et quasiment négligeable.

#### **Technique utilisant le pycnomètre à hélium**

Le pycnomètre à hélium et son utilisation ont été décrits lors des mesures de porosité totale (chapitre 3).

#### **Résultats et interprétation**

##### **Résultats des mesures de masse volumique effectuées sur des échantillons à l'échelle des séquences de sel laiteux - calcul des teneurs en saumures**

Des échantillons d'environ 50 cm<sup>3</sup>, représentatifs des séquences de sel laiteux ont été utilisés pour les mesures de masse volumique à l'aide de la pesée hydrostatique après saturation au décane. Ils ont été sélectionnés au coeur des séquences, parmi les échantillons possédant le moins de minéraux insolubles. Des mesures ont également été effectuées sur des échantillons représentatifs du faciès de sel limpide provenant d'une seule carotte et sur des macrocristaux de halite limpide.

Les résultats des mesures de masse volumique et des calculs de teneur en saumures intracristallines sont portés dans le tableau 4.3.

Un grand nombre de ces échantillons a également été utilisé lors des mesures de porosité totale (chapitre 3).

Certaines mesures de masse volumique ont été effectuées à 20°C, d'autres ont été effectuées à 28°C (échantillons portant un asterix \*). Pour les échantillons dont la mesure a été faite à 20°C, la valeur de masse volumique de halite théorique correspondante qui a été prise pour les calculs des teneurs en saumures, est de 2,1640 g/cm<sup>3</sup> (figure 4.4). Dans le cas des mesures faites à 28°C, la valeur de masse volumique prise est de 2,1600 g/cm<sup>3</sup> (figure 4.4).

Pour le calcul de la teneur pondérale et volumique moyenne, la masse volumique de la saumure considérée est de 1,30 g/cm<sup>3</sup>. Pour les variations, la teneur minimale a été calculée en prenant une masse volumique de saumure de 1,20 g/cm<sup>3</sup> et pour la teneur maximale en prenant une masse volumique de saumure de 1,40 g/cm<sup>3</sup>.

La teneur en minéraux insolubles a été mesurée par dissolution des échantillons. les corrections de masse volumique ont été effectuées à l'aide de la formule (3) en prenant pour masse volumique moyenne de ces minéraux

insolubles  $2,80 \text{ g/cm}^3$  ou  $2,90 \text{ g/cm}^3$  en fonction des proportions en anhydrite, carbonates ou argiles observées après dissolution de la halite.

Pour le sel laiteux, les mesures dans chaque groupe du tableau 4.3 sont représentative d'une séquence, l'estimation visuelle de l'importance des zones laiteuses est donnée pour chaque échantillon.

#### Résultats des mesures de masse volumique effectuées sur de petits échantillons à l'aide du pycnomètre à hélium - calcul des teneurs en saumures

Les échantillons utilisés sont des blocs d'un volume moyen de  $3 \text{ cm}^3$  ( $2 \times 1 \times 1 \text{ cm}$ ). Ils proviennent du découpage de certains des échantillons de plus grand volume utilisés précédemment. Il est à noter que certains de ces blocs ont également servi aux mesures de porosité totale (chapitre 3).

Deux séries de résultats sont portés dans le tableau 4.4. Les mesures de masse volumique sont indépendantes d'une série à l'autre car elles sont relatives à l'étalonnage qui dépend des conditions de manipulation et surtout de la température non identique d'une série à l'autre. Les échantillons de la première série de mesure sont indiqués par un asterix (\*), ceux de la deuxième série de mesure sont indiqués par un rond (°). Le calcul de la teneur en saumure a été effectué en prenant pour la masse volumique de la halite théorique les valeurs mesurées sur l'étalon de sel de synthèse pur et cela pour chaque série. La valeur moyenne de  $1,30 \text{ g/cm}^3$  a été prise pour la masse volumique des saumures. Les corrections par rapport à la proportion des minéraux insolubles ont été effectuées à partir d'estimations sur les échantillons observés au microscope d'une part et par comparaison avec les résidus de dissolution d'échantillons identiques. Les proportions de minéraux insolubles varient entre 0,05 et 0,5%.

#### Comparaison des deux méthodes de mesure de la masse volumique

La masse volumique de deux blocs de taille identique ( $3 \text{ cm}^3$ ) a été mesurée par les deux méthodes afin de comparer les résultats (tableau 4.5), un monocristal de halite limpide contenant quelques grosses inclusions et un échantillon correspondant à une zone laiteuse.

Les résultats de cette comparaison montrent qu'il y a une bonne corrélation entre les deux méthodes.

facies	Reference échantillon	% poids halite	% poids insolubles	ps mesuré (g/cm <sup>3</sup> )	ps corrigé (g/cm <sup>3</sup> )	% poids saumure	% poids variation	% vol saumure	% vol variation	estimation visuelle
Séquences de sel laiteux	SBL8 a	99,8	0,2	2,151	2,150	1	0,8 - 1,2	1,6	1,5 - 1,8	+++
	SBL8 b	99,8	0,2	2,149	2,148	1,1	0,9 - 1,3	1,85	1,65 - 2,1	+++
	SBL8 c	99,8	0,2	2,150	2,149	1,05	0,85 - 1,2	1,7	1,55 - 1,9	+++
	SBL8 d	99,75	0,25	2,149	2,148	1,1	0,9 - 1,3	1,85	1,65 - 2,1	+++
	SBL8 e	99,8	0,2	2,1529	2,151	0,9	0,75 - 1,1	1,5	1,35 - 1,7	+++
	SBL8 f	99,9	0,1	2,143	2,142	1,3	1,05 - 1,5	2,1	1,9 - 2,35	+++
	SBL8 g	99,7	0,3	2,152	2,150	0,7	0,6 - 0,85	1,15	1,05 - 1,3	++
	SBL8 h	99,7	0,3	2,151	2,149	0,8	0,65 - 0,9	1,3	1,15 - 1,4	++
	SBL8 a	99,85	0,15	2,154	2,153	0,75	0,65 - 0,9	1,3	1,15 - 1,4	+++
	SBL8 b	99,9	0,1	2,153	2,152	0,8	0,7 - 1	1,35	1,25 - 1,6	+++
	SBL8 c	99,9	0,1	2,154	2,153	0,75	0,6 - 0,9	1,3	1,15 - 1,4	+++
	SBL8 d	99,8	0,2	2,155	2,154	0,7	0,65 - 0,9	1,15	1 - 1,30	+++
sel limpide	SBL6 e	99,5	0,5	2,156	2,153	0,75	0,65 - 0,9	1,3	1,15 - 1,4	+++
	SBL6 f	99,94	0,06	2,154	2,154	0,70	0,6 - 0,9	1,15	1 - 1,30	+++
	SBL6 g	99,7	0,3	2,155	2,153	0,75	0,65 - 0,95	1,3	1,15 - 1,4	+++
	SBL6 h	99,7	0,3	2,154	2,152	0,6	0,45 - 0,7	0,95	0,85 - 1,0	++
	SBL6 i	99,8	0,2	2,149	2,148	0,8	0,7 - 1	1,4	1,25 - 1,6	+++
	SBL6 j	99,8	0,2	2,150	2,149	0,7	0,65 - 0,9	1,3	1,15 - 1,4	+++
	SBL5 a	99,75	1,25	2,154	2,147	0,9	0,75 - 1,1	1,5	1,35 - 1,7	+++
	SBL5 b	99,8	0,2	2,147	2,146	1	0,8 - 1,2	1,6	1,45 - 1,8	+++
	SBL5 c	99,2	0,8	2,149	2,145	1,05	0,9 - 1,3	1,75	1,55 - 2	+++
	SBL5 d	99,9	0,1	2,146	2,145	1,05	0,9 - 1,3	1,75	1,55 - 2	+++
	SBL1 a	99,95	0,05	2,151	2,150	1	0,8 - 1,2	1,6	1,5 - 1,8	+++
	SBL1 b	99,8	0,2	2,153	2,152	0,6	0,45 - 0,7	0,95	0,85 - 1,05	++
sel hyperlaiteux	SBL9 a	99,85	0,15	2,156	2,155	0,6	0,5 - 0,75	1,05	0,95 - 1,1	+
	SBL9 b	99,7	0,3	2,156	2,154	0,7	0,6 - 0,9	1,15	1 - 1,3	++
	SBL9 c	99,6	0,4	2,156	2,153	0,5	0,4 - 0,6	0,8	0,7 - 0,9	++
	SBL9 d	99,1	0,9	2,158	2,153	0,5	0,4 - 0,6	0,8	0,7 - 0,9	++
sel hyalin	SBL3 a	99,95	0,05	2,158	2,158	0,4	0,35 - 0,5	0,7	0,6 - 0,8	ii
	SBL3 b	100	---	2,159	2,159	< 0,1	< 0,1	< 0,15	< 0,15	i
	incertitude	± 0,1	± 0,1	± 0,002	± 0,002	± 0,1	± 0,1	± 0,1	± 0,1	

Tableau 4.3: Résultats des mesures de teneurs en saumures intracristalline effectuées sur des échantillons de séquences décimétriques par la méthode de pesée hydrostatique.

Légende :

+ limpide

++ peu laiteux

+++ laiteux et hyperlaiteux

i contenant des inclusions



faciès	Référence échantillon	ps mesure (g/cm3)	estimation insolubles	ps corrigé (g/cm3)	%poids saumures	%vol saumures	estimation visuelle
étalon	SCT°	2.1634	—	2.1634	—	—	—
	SCT°	2.1640	—	2.1641	—	—	—
sel hyalin	SBH43 b1°	2.1621	—	2.1620	0,1	0,15	i
	SBH43 b2°	2.1619	—	2.1620	0,1	0,15	i
	SBH43 b3°	2.1626	—	2.1630	< 0,05	< 0,1	i
	SBH43 b4°	2.1627	—	2.1630	< 0,05	< 0,1	i
	SBH43 c1°	2.1640	—	2.1640	< 0,01	< 0,05	i
sel laiteux	SBL18 f1°	2.1457	*	2.1450	1,3	2,15	++++
	SBL18 f2°	2.1450	*	2.1440	1,	2,25	++++
	SBL18 f3°	2.1495	*	2.1480	1,1	1,8	+++
	SBL18 h1°	2.1571	**	2.1550	0,6	1	++
	SBL18 h2°	2.1598	**	2.1570	0,45	0,75	++
	SBL18 d1°	2.1520	*	2.1510	0,9	1,5	++++
	SBL18 d2°	2.1490	*	2.1480	1,15	1,85	+++
	SBL18 d3°	2.1450	*	2.1440	1,4	2,3	++++
	SBL18 d4°	2.1550	*	2.1540	0,7	1,2	++
	SBL18 d5°	2.1490	*	2.1480	1,15	1,85	+++
	SBL18 d6°	2.1590	**	2.1570	0,5	0,8	+
	SBL06 h1°	2.1533	**	2.1510	0,9	1,45	+++
	SBL06 h2°	2.1578	**	2.1560	0,5	0,85	+
	SBL06 h3°	2.1553	**	2.1530	0,7	1,20	+++
	SBL06 h4°	2.1558	—	2.1550	0,6	1	++
	SBL06 h5°	2.1563	—	2.1550	0,6	1	++
	SBL06 h6°	2.1609	***	2.1580	0,4	0,6	+++
	SBL06 h7°	2.1564	**	2.1540	0,65	1,1	+++
	SBL06 h8°	2.1522	—	2.1510	0,9	1,45	+++
	SBL06 i1°	2.1451	—	2.1440	1,4	2,25	++++
	SBL06 i2°	2.1588	***	2.1560	0,5	0,85	+++
	SBL06 d1°	2.1610	***	2.1570	0,5	0,8	++
	SBL06 d2°	2.1640	***	2.1600	0,3	0,5	+
	SBL06 d3°	2.1600	***	2.1560	0,55	0,95	++
	SBL06 d4°	2.1510	*	2.1500	1	1,65	++++
	SBL06 d5°	2.1590	*	2.1580	0,4	0,7	+
	SBL06 d6°	2.1540	*	2.1530	0,8	1,3	++++
	SBL15 d1°	2.1489	**	2.1470	1,15	1,9	+++
	SBL15 d2°	2.1450	**	2.1430	1,45	2,35	+++
	SBL15 d3°	2.1575	**	2.1550	0,6	1	++
	SBL01 b1°	2.1548	*	2.1540	0,65	1,1	+++
	SBL01 b2°	2.1538	*	2.1530	0,7	1,20	+++
sel limpide	SBM49 c1°	2.1619	***	2.1580	0,4	0,6	+
	SBM49 c2°	2.1656	***	2.1610	0,2	0,3	+
incertitude		± 0,001	—	± 0,001	± 0,05	± 0,05	—

Tableau 4.4: Résultats des mesures de teneurs en saumures intracristallines effectuées sur des petits échantillons à l'aide du pycnomètre à hélium.

Légende :

+ limpide                      +++ laiteux  
++ peu laiteux                ++++ hyperlaiteux  
i contenant des inclusions

échantillons	SBH43 p	SBL06 p	incertitude
% halite	100%	99,5%	± 0,1
% insolubles	—	0,5%	± 0,1
ps D (g/cm <sup>3</sup> )	2.158	2.157	± 0,002
ps D corrigé	2.158	2.154	± 0,002
ps PH (g/cm <sup>3</sup> )	2.162	2,160	± 0,001
ps PH corrigé	2.162	2.157	± 0,001
%poids saumure D	0,14%	0,4%	± 0,1
%poids saumure PH	0,15%	0,45%	± 0,1
%vol saumure D	0,23%	0,7%	± 0,1
%vol saumure PH	0,24%	0,75%	± 0,1
estimation	i	++	

Tableau 4.5: Comparaison des deux méthodes de mesure des teneurs en saumures

Légende :

*D* - Méthode utilisant la pesée hydrostatique (à 28°C).

*PH* - Méthode utilisant le pycnomètre à hélium

( $\rho$  étalon = 2,1634 g/cm<sup>3</sup>).

*i* contenant des inclusions      ++ peu laiteux

#### Interprétations :

L'analyse des résultats portant sur les échantillons de petite taille permet un classement des différentes parties halitiques d'une séquence, à l'échelle des cristaux, en fonction de la lactescence observée et des teneurs moyennes en saumures intracristallines associées (tableau 4.6).

Les résultats obtenus sur les échantillons pluricentimétriques permettent également un classement à l'échelle des séquences de faciès de sel laiteux ou limpide, en fonction de la lactescence observée et des teneurs moyennes en saumures intracristallines associées (tableau 4.7).

Pour les faciès de sel phénoblastique, les teneurs en inclusions fluides intracristallines des phénoblastes sont identiques à celles mesurées pour les petits monocristaux de halite hyaline contenant des inclusions de grande taille. Compte tenu de la proportion de ces phénoblastes dans la roche (70% en moyenne), les teneurs en saumure intracristallines sont inférieure à 0,15% Vol..

type de halite à l'échelle des cristaux	Teneurs moyennes en saumures	
	% poids	% vol.
zone hyperlaiteuse	0,8 à 1,4	1,3 à 2,25
zone moyennement laiteuse	0,4 à 0,7	0,6 à 1,20
zone faiblement laiteuse et halite limpide	0,2 à 0,5	0,3 à 0,85
halite limpide à inclusions fluides de grande taille	< à 0,1	< à 0,15

Tableau 4.6: Tableau récapitulatif des teneurs moyennes en saumures intracristallines à l'échelle des cristaux de halite

roche halitique	Teneurs moyennes en saumures	
séquences de sel laiteux et hyperlaiteux (1 à 10 cm)	1% poids	1,5% vol.
passées de sel peu laiteux ou de sel limpide	0,5% poids	1% vol.
passée de sel phénoblastique	< 0,1% poids	< 0,15% vol.

Tableau 4.7: Tableau récapitulatif des teneurs en saumures intracristallines à l'échelle des séquences centimétriques ou des passées décimétriques des différents faciès halitiques

#### 4.4.4. Conclusion

A partir des mesures effectuées sur les échantillons de taille centimétrique, on peut avancer des estimations de teneurs en saumures in situ, à l'échelle des carottes de sondage. Ces estimations sont obtenues par addition des teneurs en saumures intracristallines et intercristallines pour les trois faciès halitiques principaux de la série salifère bressanne.

Les passées décimétriques à métriques de sel laiteux et hyperlaiteux présentent les teneurs en saumures les plus élevées qui peuvent être estimées à 2% soit 20 litres par m<sup>3</sup> de matériau.

Les passées métriques à plurimétriques de sel phénoblastique présentent les teneurs en saumure les plus faibles inférieure à 0,5% soit 5 litres par m<sup>3</sup> de matériau dans le cas du sel phénoblastique à matrice carbonato-sulfatée à halite d'imprégnation, inférieure à 1% soit 10 litres par m<sup>3</sup> de matériau dans le cas du sel phénoblastique à matrice carbonato-sulfatée sans halite

d'imprégnation et inférieure à 1,5% soit 15 litres par m<sup>3</sup> de matériau dans le cas du sel phénoblastique à matrice carbonato-argileuse.

Les passées métriques de sel peu laiteux et limpide présentent des teneurs en saumures intermédiaires de l'ordre de 1% soit 10 litres par m<sup>3</sup> de matériau.

A l'issue de ces observations et de ces mesures, on peut se rendre compte que in situ ces inclusions fluides sont en quantité non négligeable dans les faciès halitiques à l'intérieur des cristaux mais également dans les joints de grains.

Les quantités importantes de saumure à l'échelle des cristaux ainsi que la forte réactivité et la forte solubilité de la halite, permettent de penser que ces saumures et les inclusions fluides jouent un certain rôle dans les mécanismes de déformation des faciès halitiques. C'est ce que nous allons aborder dans la deuxième partie de cette étude.

---



**- DEUXIEME PARTIE -**

**ETUDE DU ROLE DES INCLUSIONS FLUIDES  
DANS LES MECANISMES DE DEFORMATION  
DES ROCHES HALITIQUES  
PAR L'OBSERVATION  
EN MICROCELLULE DE FLUAGE**



## - CHAPITRE 5 -

### ANALYSE DE LA STRUCTURE CRISTALLINE DE LA HALITE DES FACIES DE SEL DE LA BRESSE ET DU SITE DE ASSE

#### 5.1. INTRODUCTION

Ce chapitre a pour but de montrer que le réseau cristallin de la halite naturelle n'est jamais constitué par l'empilement théorique d'ions  $\text{Na}^+$  et  $\text{Cl}^-$  car il contient de nombreux défauts et impuretés qui en perturbe l'agencement.

Les impuretés peuvent être d'excellents marqueurs du transfert de matière par les saumures lors de la déformation. De ce fait, des essais d'analyses chimiques de ces impuretés ont été effectuées pour la halite provenant de la Bresse et du dôme de Asse.

#### 5.2. LE RESEAU CRISTALLIN DE LA HALITE

##### 5.2.1. Le réseau cristallin théorique

D'un point de vue chimique, la halite ( $\text{NaCl}$ ) est un halogénure qui provient de la combinaison par liaison ionique de l'ion métallique alcalin  $\text{Na}^+$  et de l'ion halogène  $\text{Cl}^-$ . L'arrangement atomique optimal donne à l'état solide à partir du motif  $\text{NaCl}$ , une maille de quatre motifs de type cubique à faces centrées. (figure 5.1).

Du fait de ces liaisons ioniques, l'énergie de cohésion du cristal, c'est à dire l'énergie qu'il faut dépenser pour écarter les ions loin les uns des autres (en l'absence de tout solvant), est considérable. La plupart des propriétés physico-chimiques de la halite s'expliquent par l'existence des liaisons ioniques et par le fait que les atomes de Na et de Cl n'ont chacun qu'une valence ionique.

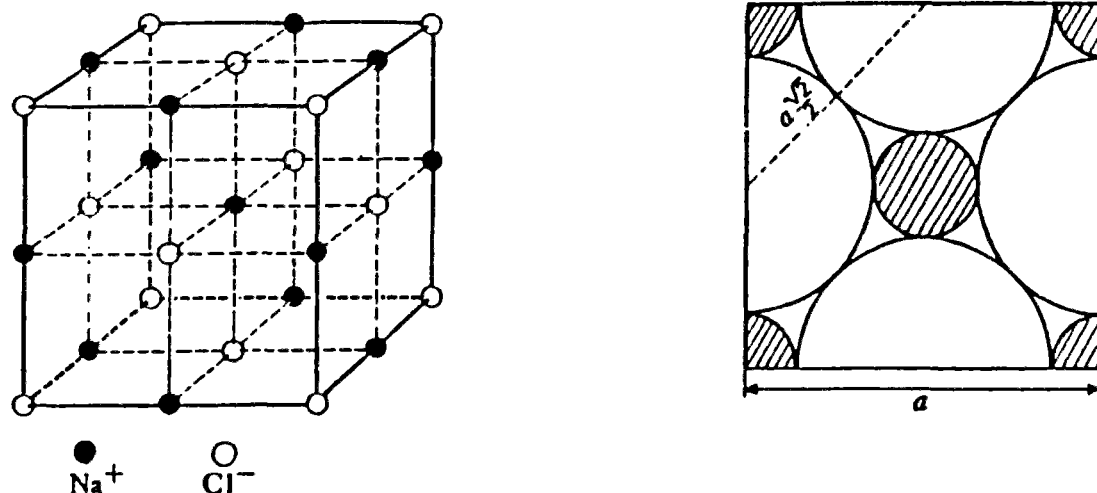
##### 5.2.2. Les défauts cristallins dans la halite

###### Les défauts ponctuels

A l'échelle atomique, il existe trois possibilités de perturber l'agencement cubique faces centrées (figure 5.2) : la lacune qui correspond à l'absence d'un atome, l'interstitiel qui est un atome placé en dehors d'un site normal et l'atome étranger en substitution dans un site normal du réseau cristallin ou en insertion entre les sites.

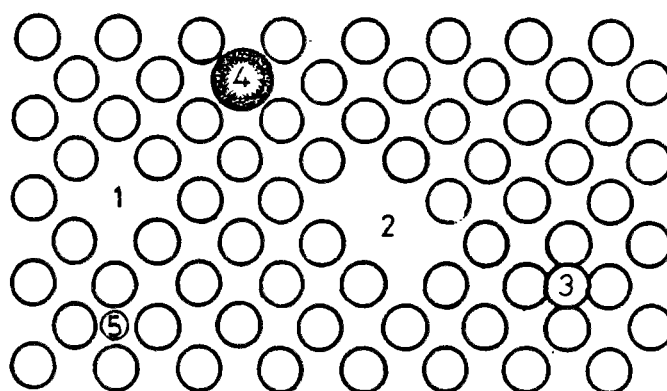
Le fait que les liaisons entre  $\text{Na}^+$  et  $\text{Cl}^-$  soient ioniques implique la conservation de la neutralité de la charge totale, cela conduit à ce que les





$a$ : paramètre cristallin

Figure 5.1: Réseau cristallin cubique faces centrées de la halite et face (010) de la maille élémentaire.



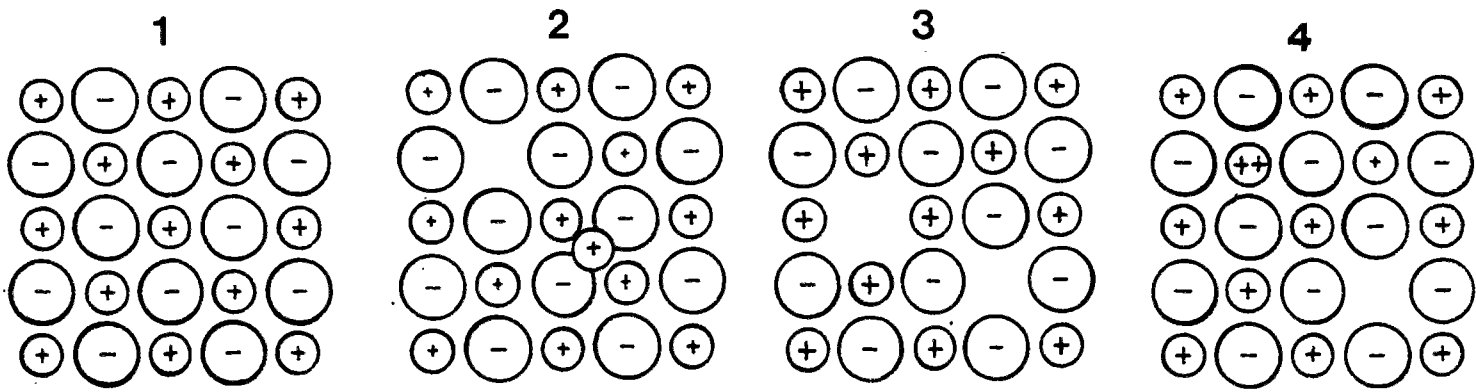
1) lacune 2) bilacune 3) interstitiel 4) atome étranger en substitution  
5) atome étranger en insertion

Figure 5.2: Défauts ioniques élémentaires

éventuels défauts ponctuels soient créés par paires dans la halite (figure 5.3) :

- paire lacune + interstitiel (défauts de Frenkel);
- paire lacune cationique + lacune anionique (défauts de Schottky);
- paire ion divalent + lacune.

La création de lacunes et d'interstitiels est favorisée par l'agitation thermique des ions, elle dépend donc de la température (à 0 K on peut en théorie considérer le cristal de  $\text{NaCl}$  Comme ne possédant ni lacunes ni interstitiels). dans le milieu naturel, la cristallisation de la halite



1) cristal parfait 2) défaut de Frenkel cationique 3) défaut de Schottky  
4) cation étranger bivalent et lacune anionique

Figure 5.3: Défauts atomiques dans les cristaux ioniques

s'accompagne toujours de la création de défauts ponctuels qui sont plus ou moins abondants suivant la vitesse de croissance de la même manière que les inclusions fluides. La présence ou non d'atomes étrangers dans le réseau cristallin dépend de la pureté de la saumure.

Il existe également de nombreux défauts particuliers que l'on appelle centres colorés, à l'origine de la coloration de certains cristaux. Ils font intervenir les électrons. Les principaux sont les centres-F constitués par un électron piégé dans une lacune (site  $\text{Cl}^-$ ) et les centres-H constitués par un ion  $\text{Cl}_2^-$  dans un site  $\text{Cl}^-$ . La coalescence de ces centres colorés peut éventuellement engendrer la formation de sodium colloïdal ou de molécules de chlore piégées.

Ces défauts ne sont pas courants dans les cristaux naturels mais ils peuvent apparaître en grande quantité lors d'irradiation par des rayonnements ionisants.

L'une des caractéristiques de ces défauts ponctuels est qu'ils accumulent une forte énergie interne dans le réseau cristallin de la halite.

#### Les dislocations et les défauts d'empilement

Plusieurs types de dislocations peuvent apparaître du fait des différentes possibilités de distorsion du réseau atomique. Pour les cristaux en général et pour la halite en particulier, on peut distinguer deux types principaux :

- les dislocations coins qui sont caractérisées par l'intercalation d'un demi plan supplémentaire dans le réseau cristallin (figure 5.4) ;
- les dislocations vis qui sont caractérisées par une distorsion hélicoïdale du réseau cristallin (figure 5.5).

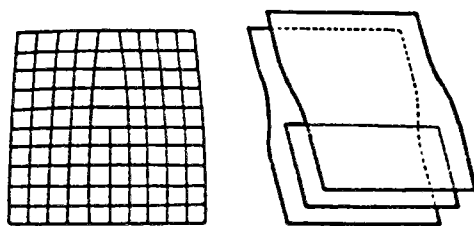


Figure 5.4: Dislocation coin

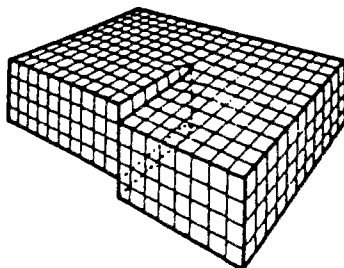


Figure 5.5: Dislocation vis

Ces dislocations peuvent apparaître et migrer lors de l'application de contraintes. Ce mécanisme est à l'origine des déformations plastiques macroscopiques. Elles se forment également lors de la cristallisation, du fait des nombreux défauts ponctuels présents et des contraintes de croissance. En général elles se réarrangent en s'alignant perpendiculairement aux plans de distorsion pour minimiser les contraintes et forment alors une sous-structure de cristallisation (structure "mosaïque").

Les défauts d'empilement correspondent à des hétérogénéités dans l'empilement régulier des atomes créés soit par une accumulation de lacunes lors d'une croissance rapide, soit par l'accumulation et l'intersection de dislocations.

L'accumulation des dislocations et des défauts d'empilement contribue à un emmagasinement d'énergie interne non négligeable.

### 5.3. STRUCTURE CRISTALLINE DE LA HALITE NATURELLE DE LA BRESSE ET DU DOME DE ASSE

#### 5.3.1. Structure en mosaïque de la halite hyaline

L'examen de la surface de monocristaux clivés révèle très bien la structure en mosaïque de sous-grains qui est schématisée figure 5.6. Les sous-grains observés ont une direction d'allongement parallèle à la direction de croissance {100} du cristal. Cette structure est visible parfois à l'oeil nu par réflexion optique de la lumière sur les surfaces de clivages du fait des différences d'orientation entre les sous-grains.

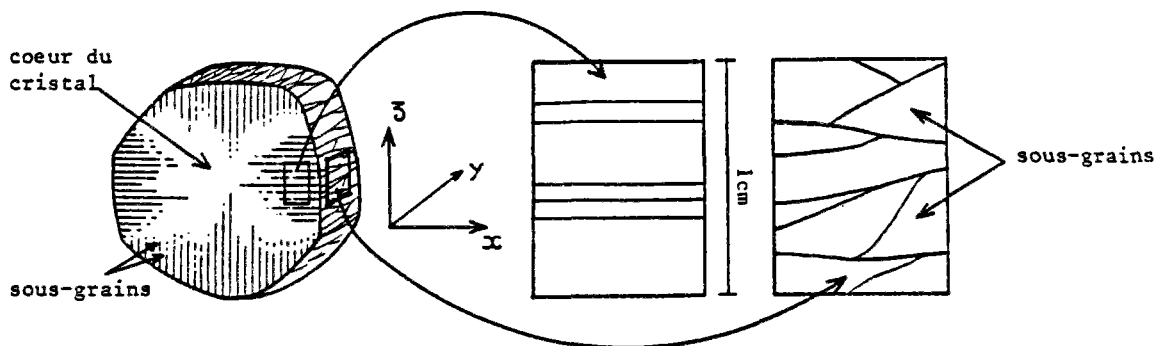


Figure 5.6: structure mosaïque des macrocristaux de halite hyaline de la Bresse

### 5.3.2. Analyse du réseau cristallin de la halite par diffractométrie des R.X.

#### Introduction

Les variations dans la structure cristalline d'un minéral dues aux défauts et impuretés provoquent une désorganisation plus ou moins grande des plans réticulaires. Elles peuvent donc être mises en évidence par une analyse fine du spectre de diffraction des R.X.

Deux paramètres sont classiquement utilisés dans une telle analyse :

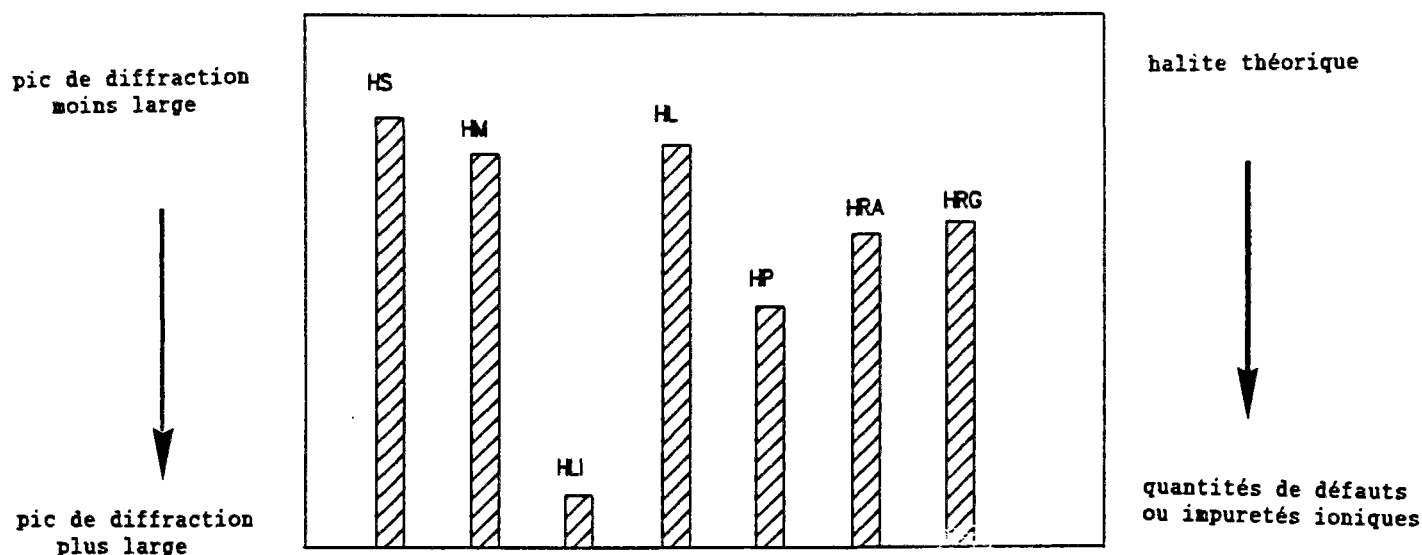
- l'élargissement des pics de diffraction des plans réticulaires qui est du à la désorganisation des plans par les défauts cristallins;
- la modification de la distance interréticulaires de certaines familles de plans cristallins.

#### Analyse des largeurs de pics sur différents type de halite

Les variations de largeur ou de positionnement des pics sont bien visibles lorsque la désorganisation du réseau cristallin est très importante, après l'irradiation à forte dose du minéral par exemple, ou encore après dopage à fortes concentrations par des éléments étrangers. Les désorganisations naturelles du réseau de la halite de la Bresse ne sont pas aussi importantes ce qui en a rendu l'étude très délicate avec l'appareillage classique disponible.

Seule l'analyse des largeurs de pics de différents types de halite a permis d'aboutir à des conclusions. Elle a nécessité des réglages très fins du diffractomètre et l'utilisation d'étalons internes et externes. Différents types de halite ont été analysés : des monocristaux de halite hyaline, des cristaux de halite limpide de remplissage, des cristaux de halite laiteuse et des phénoblastes de halite limpide pour le sel de Bresse ainsi que deux échantillons de halite limpide recristallisée provenant des dômes de Asse et de Siegfried-Giesen. Ces cristaux naturels de halite ont été comparés à des cristaux artificiels de halite d'une très grande pureté.

Les échantillons ont été broyés finement puis mélangés à du quartz pur servant d'étalon interne. Dans chaque cas, plusieurs lames de poudres ont été confectionnées.



*HS : halite pure étalon; HLI : halite laiteuse;  
HM : halite hyaline; HL : halite limpide "de remplissage;  
HP : halite phénoblastique; HRA-HRG : halite recristallisée (Asse).*

Figure 5.7: Rapport hauteur/largeur des pics (400) des cristaux de différents types de halite (moyenne sur plusieurs mesures)

Les largeurs des pics de diffraction des plans (400) pour la halite et (211) pour le quartz ont été analysées. Le passage des lames a été effectué à faible vitesse de rotation du goniomètre (10 mn/degré), la fenêtre et le seuil du discriminateur ont été réglés pour obtenir le meilleur réglage entre le pic (400) et le pic (211).

### Résultats

Les résultats obtenus sont résumés en figure 5.7 qui représente le rapport hauteur sur largeur des pics (400) des différentes halites analysées. Plus la largeur est grande, plus le rapport est petit. Les largeurs de pics de la halite hyaline et de la halite limpide de remplissage sont à peu près équivalentes à celles de la halite de synthèse qui est pure mais contient des lacunes et interstitiels et possède une structure mosaïque du fait de sa cristallisation relativement rapide, par contre, la halite laiteuse et les phénoblastes contiennent une plus grande quantité de défauts, probablement des impuretés. Les largeurs de pics de la halite recristallisée du site de Asse sont intermédiaires.

A l'exception de la halite laiteuse et de la halite phénoblastique, on peut considérer que les autres types de halite contiennent peu d'impuretés ioniques.

### 5.3.3. Analyse géochimique du réseau cristallin

#### Introduction

Pour les cristaux naturels de halite, les analyses géochimiques fines du réseau cristallin par spectrométrie sont très délicates voire impossibles car il est très difficile de séparer le réseau cristallin halitique des inclusions

fluides qu'il contient. Ces inclusions fluides renferment de nombreux ions identiques à ceux susceptibles d'être contenus dans le réseau cristallin ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Br}^-$  ...) ce qui fausse considérablement les mesures.

R. Moretto (1987) a effectué de nombreux dosages globaux du brome, du potassium, et du magnésium dans la halite par spectrométrie d'absorption atomique et par fluorescence X en éliminant les saumures par broyage et rinçage dans l'alcool. L'élimination des saumures a été contrôlée par dosage de l'ion  $\text{Mg}^{2+}$  en partant de l'hypothèse qu'il n'est jamais incorporé au réseau cristallin de la halite. Il obtient des teneurs en Brome rarement supérieures à 100 ppm et des teneurs en potassium inférieures à 50 ppm.

#### Analyses à la microsonde de la halite de Bresse et du dôme de Asse

Nous avons tenté d'utiliser la microsonde électronique avec pour objectif de doser qualitativement et surtout ponctuellement l'ions  $\text{Ca}^{2+}$  dans le réseau cristallin de la halite de Bresse et dans la halite recristallisée du dôme de Asse afin d'essayer de mettre en évidence d'éventuelles concentrations. Le principal problème a consisté à éliminer les cristallisations pouvant apparaître par évaporation des inclusions fluides lors de la confection des lames minces. Pour cela, les lames ont subi un polissage chimique et un rinçage à l'alcool.

Aucune concentration significative n'a été détectée dans le réseau cristallin de la halite du sel laiteux et limpide de la Bresse.

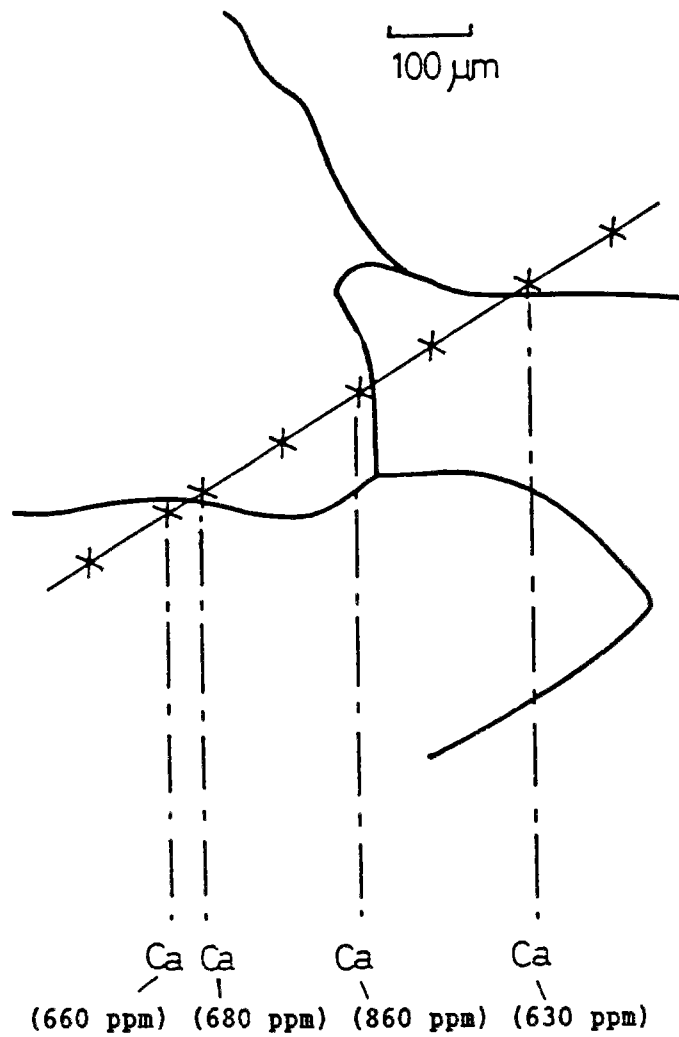
Pour le sel de Asse, au centre des grains, les concentrations en calcium ne pas significative, par contre, des mesures ponctuelles sur des traversées de plusieurs grains ont montré des teneurs élevées en calcium à proximité des joints de grains (figure 5.8). Celles ci pourraient provenir de ségrégations lors de transfert de matière par des saumures.

#### 5.3.4. Observation des lignes de dislocation par la technique des figures d'attaque

##### Les techniques utilisées

La technique classique de révélation des dislocations par formation de figures d'attaque consiste à tremper quelques instants la lame mince dans une solution d'acide acétique froide contenant 4g de perchlorure de fer (Mendelson 1962). Nous avons utilisé cette technique dans le but d'observer les interactions entre lignes de dislocation et inclusions fluides dans la halite de Bresse.

Une deuxième technique développée au cours de cette étude a permis de révéler des sous-structures de polygonisation des cristaux du faciès de sel laiteux. Elle consiste à effectuer un polissage prolongé par immersion de la lame dans une solution de 3 volumes d'acide chlorydrique (normalité 1) concentré pour 1 volume d'eau (polissage classique : 30 mm, attaque : 2 heures). Cette technique très agressive ne peut être utilisée que sur des faciès de sel laiteux ou limpide.



paramètres de l'analyse :

Etalon calcium : wollastonite (programme RUBENS 333, CGGM-ENSMP)

Temps de comptage : 40 secondes

intensité : 20.55 - tension : 20 Kv

Figure 5.8: Localisation des pointés pour les analyses à la microsonde du sel recristallisé - concentration en  $\text{Ca}^{2+}$



cliché a ——— 100 μm

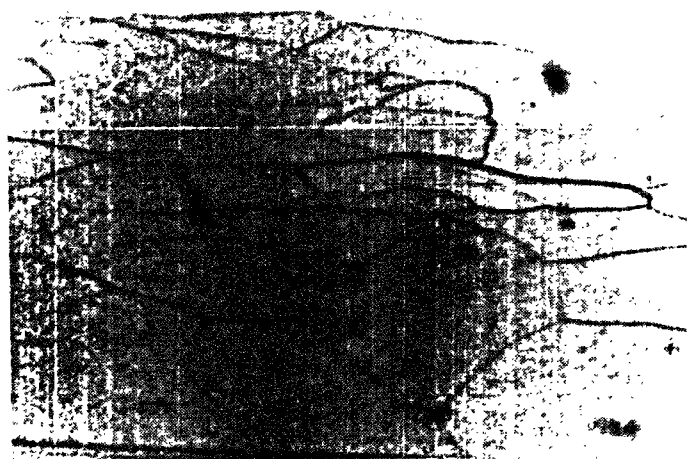


cliché b ——— 100 μm

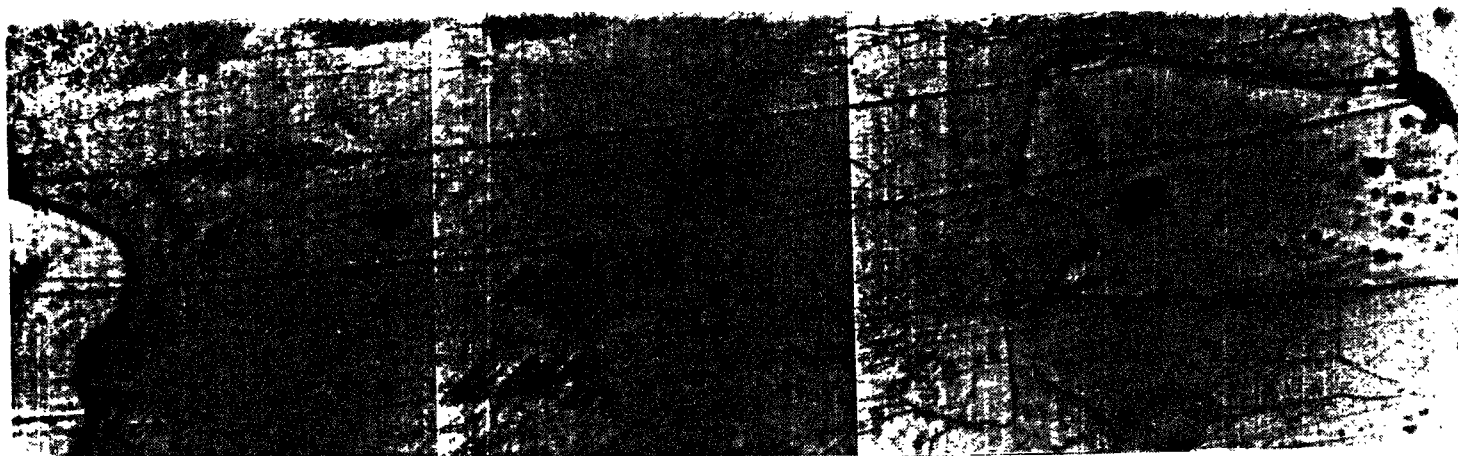


cliché c ——— 100 μm

Sous-grains équants



cliché d ——— 100 μm Sous-grains allongés



cliché e ——— 1 mm

PLANCHE 5.2 - CLICHES PHOTOGRAPHIQUES DE LAMES EPAISSES AU MICROSCOPE EN LUMIERE REFLECHIE MONTRANT LES SOUS-GRAINS DANS LE SEL LAITEUX REVELES PAR POLISSAGE CHIMIQUE.



**Planche 5.2: Clichés photographiques montrant des exemples de figures d'attaques sur des lames épaisses correspondant aux dislocations dans les cristaux de halite laiteuse.**

Cliché a - Forte densité de figures d'attaque distribuées autour d'une cavité d'inclusion fluide.

Cliché b,c,d,e,f - Concentration de figures d'attaques soit en bandes dans le cristal (e), soit en amas (b,f), soit le long de joints de grains (c,f).

Cliché g,h,i - Détail des figures d'attaques orientées orthogonalement ou obliquement par rapport à la section de la lame épaisse.



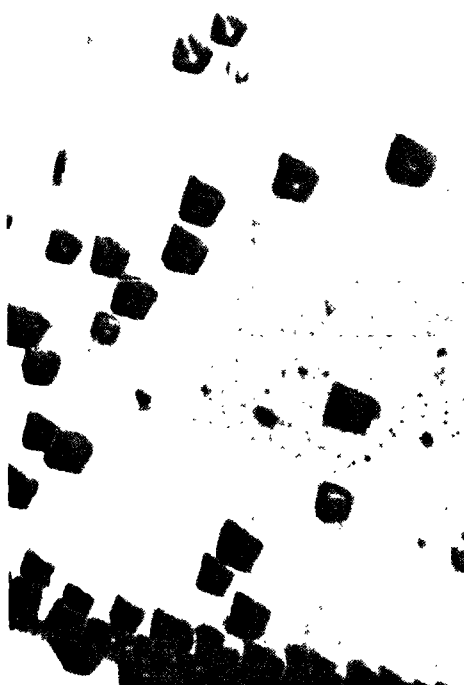
cliché a ————— 100  $\mu$ m



cliché b ————— 100  $\mu$ m



cliché c ————— 100  $\mu$ m



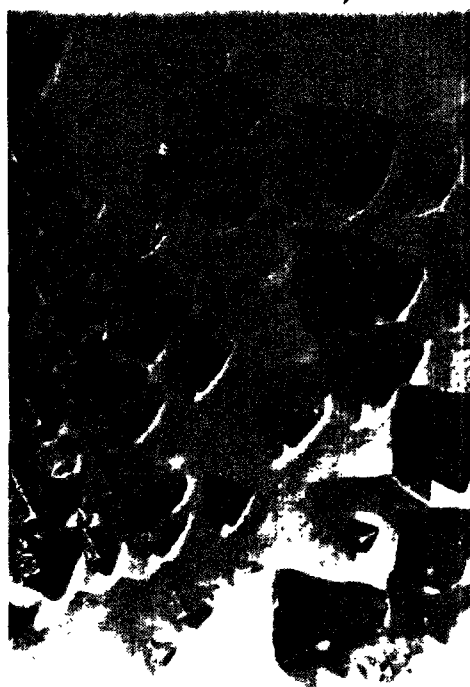
cliché d ————— 100  $\mu$ m



cliché e ————— 100  $\mu$ m



cliché f ————— 100  $\mu$ m



cliché g ————— 50  $\mu$ m



cliché h ————— 50  $\mu$ m



cliché i ————— 50  $\mu$ m

### Observations

Les figures d'attaque révélées sur les cristaux du faciès de sel laiteux (Planche 5.1) montrent la répartition des dislocations dans différents secteurs des grains. On observe, à proximité immédiate de la plupart des inclusions fluides une densité assez grande de figures d'attaques, ceci semble confirmer l'hypothèse de la formation des inclusions fluides par perturbation de la croissance cristalline de la halite. Il n'est cependant pas possible de quantifier la densité de ces dislocations car la méthode de révélation est très sensible à la durée de l'attaque chimique et peut conduire à la formation d'artéfacts.

Par contre, la méthode de polissage prolongé a permis d'observer dans de nombreuses lames de sel laiteux des sous-grains de taille et de formes variables, parfois très allongés ou parfois donnant une texture équante (planche 5.2). Ces sous-grains sont importants car ils indiquent que des déformations plastiques sont vraisemblablement apparues au cours de l'enfouissement de ces roches.

### 5.3.5. Conclusion

Aucune concentration significative d'impuretés n'a pu être mise en évidence dans ces cristaux de halite de Bresse, par contre, des ségrégations ont été observées dans la halite recristallisée du dôme de Asse. Dans l'avenir il est souhaitable que des analyses plus fines soit réalisées, notamment à l'aide des méthodes de cathodoluminescence.

---

## - CHAPITRE 6 -

### ASPECT PHYSIQUE ET THEORIQUE DES MECANISMES DE DEFORMATION DE LA HALITE ET DES ROCHES HALITQUES

#### IMPORTANCE DES MECANISMES DE DEFORMATION PAR DISSOLUTION-CRISTALLISATION

##### 6.1. INTRODUCTION

Compte tenu des conditions de contrainte, de température et de durée des phénomènes à l'échelle des temps géologiques ou à l'échelle humaine, on peut considérer qu'il y a schématiquement trois possibilités d'accommoder les sollicitations mécaniques et thermiques pour une roche en général et en particulier pour une roche salifère (figure 6.1) :

- la déformation cataclastique par fissuration entre les grains constituant la roche (a);
- la déformation plastique par glissement des plans cristallins à l'intérieur des grains (b);
- la déformation par dissolution-cristallisation par transfert de matière (c).

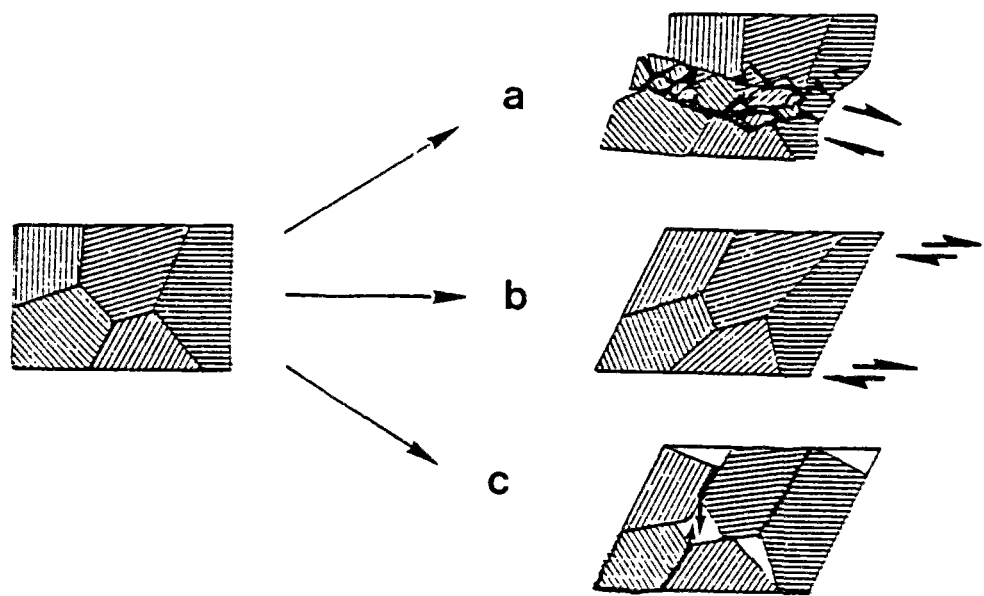
Le premier type est une déformation dite "fragile", par déplacement discontinu de domaines par rupture à l'échelle de la roche. Les deux autres types sont des déformations dites "ductiles", par déplacement continu de domaines à l'échelle de la roche.

Ces trois déformations peuvent intervenir simultanément dans la déformation globale d'une roche, mais suivant les conditions de contrainte ou de température, et en fonction de la texture des roches, l'une ou l'autre de ces déformations sera souvent prépondérante.

La durée des sollicitations qui impose la vitesse de déformation est un facteur essentiel, elle va contrôler deux processus différents de déformation de la roche :

- le processus de fluage à l'échelle de temps humaine, pour des "grandes" vitesses de déformation;
- le processus de recristallisation dynamique au sens large à l'échelle des temps géologiques, pour des "faibles" vitesses de déformation.

Un certain nombre de mécanismes de déformation des minéraux sont à l'origine de ces trois types de déformation de la roche. Le déclenchement de l'un ou l'autre de ces mécanismes va également dépendre des conditions de contrainte et de température.



*a) déformation cataclastique   b) déformation plastique  
c) déformation par dissolution-cristallisation*

**Figure 6.1: Les trois grands types de déformation pour une roche  
(d'après Gratier 1984)**

Dans le cas des lithofaciès halitiques de la Bresse (plus de 80% poids de halite) et compte tenu des textures décrites lors de la première partie, ce sont essentiellement les mécanismes de déformation de la halite, dépendant de ces propriétés physico-chimiques et structurales, qui vont jouer un rôle prépondérant dans la déformation de la roche. Il faut prendre en compte d'une part les mécanismes liés au cristal de halite (milieu monocristallin) ainsi que ceux liés aux différents agencements des grains de halite (milieu polycristallin). Les minéraux non halitiques contenus dans la halite ou entre les grains ainsi que les impuretés du réseau cristallin mis en évidence précédemment peuvent en fonction de leurs proportions, influencer plus ou moins fortement la déformation des roches.

Ce chapitre a pour but de présenter le plus simplement possible les différents mécanismes de déformation de la halite et des roches halitiques. Les mécanismes de déformation par dissolution-cristallisation et leur importance dans les deux processus, fluage et recristallisation dynamique seront ensuite développés.

## **6.2. MECANISMES DE DEFORMATION DU RESEAU CRISTALLIN DE LA HALITE**

### **6.2.1. Introduction**

Les propriétés mécaniques et thermiques de la halite sont liées d'une part au caractère chimique particulier de NaCl (liaisons ioniques et valence unique pour les deux ions) et d'autre part à sa structure cristalline cubique faces centrées à haut degré de symétrie. Mais c'est surtout la présence des défauts cristallins étudiés précédemment qui est le moteur essentiel des mécanismes de déformation de la halite.

### **6.2.2. Déformation du réseau cristallin répondant à des sollicitations thermiques; dilatation thermique de la halite**

Dans le domaine des déformations élastiques, les sollicitations mécaniques ou thermiques sont accommodées par les forces de cohésion entre les atomes; le déplacement de ces atomes est faible et réversible; et est fonction de la symétrie du réseau cristallin. Le phénomène de dilatation thermique s'explique par le caractère non harmonique des forces de cohésion auxquelles sont soumis les atomes qui vibrent en raison de l'agitation thermique. Du fait de sa structure cubique, la dilatation thermique de la halite est isotrope.

Des mesures de dilatation thermique linéaire ont été effectuées au cours de cette étude sur les différents faciès halitiques de la Bresse. Les résultats sont portés dans le tableau 6.1.

échantillons (volume de 30 cm <sup>3</sup> )	dilatation thermique linéaire en 10 <sup>-5</sup> °C <sup>-1</sup>
halite hyaline (Bresse)	3,85
sel laiteux (Bresse)	4 à 4,1
sel phénoblastique (Bresse)	3,7 à 4
sel recristallisé (Asse)	3,7

Tableau 6.1: Mesure de la dilatation thermique linéaire des différents faciès de sel de la Bresse et du dôme de Asse

Ces mesures ont mis en évidence, pour les échantillons de la Bresse, une dispersion du taux de dilatation thermique des différents faciès et une variation à l'intérieur d'un même faciès due à la teneur variable en minéraux non-halitiques et en inclusions fluides.

### **6.2.3. Déformation du réseau cristallin sous sollicitations mécaniques instantanées; rupture des cristaux**

Lorsque la limite d'élasticité de la halite est atteinte, c'est à dire lorsque les forces de cohésion des atomes ne sont plus suffisantes pour équilibrer les contraintes (rupture des liaisons ioniques), deux situations peuvent apparaître :

- si la sollicitation est instantanée et développe une énergie suffisante, l'accommodation des contraintes va se faire par création de clivages ou de fissures;
- si la sollicitation est progressive, même pour une faible énergie, l'accommodation des contraintes va se faire par glissement de certains plans cristallins privilégiés les uns sur les autres.

La rupture plane du réseau cristallin (clivage) se produit pour la halite selon les plans (100) car d'une part ce sont les plans de plus grande densité

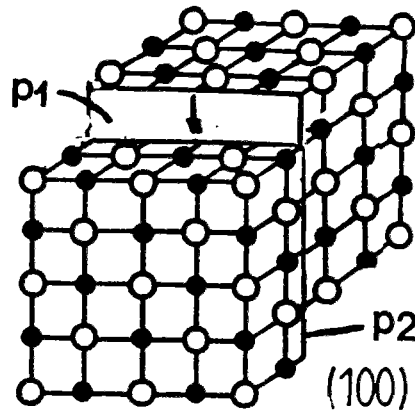


Figure 6.2: Formation d'un clivage à l'échelle atomique par répulsion des deux surfaces

atomique (figure 6.2). Les liaisons ioniques sont fortes dans les plans  $P_1$  et  $P_2$  et plus faibles perpendiculairement. D'autre part lors de la déformation, le déplacement relatif entre deux plans juxtaposés  $P_1$  et  $P_2$  peut amener les ions de même charge face à face ce qui entraîne la répulsion mutuelle entre les deux plans et l'ouverture d'un clivage si la sollicitation est instantanée.

Certaines observations montrent également que des impuretés ou des inclusions de grande taille peuvent, même sous sollicitations lentes, constituer des amorfes pour la rupture par clivages des cristaux.

#### 6.2.4. Déformation sous sollicitations mécaniques et thermiques progressives; plasticité du réseau cristallin de la halite

La déformation plastique du réseau cristallin de la halite se fait essentiellement par glissement de certains plans privilégiés lorsque la vitesse de déformation est lente. Les limites entre ces plans de glissement correspondent aux lignes de dislocations coins ou vis. C'est essentiellement le glissement des lignes de dislocations coins qui provoque le glissement des plans cristallins. La structure cristalline cubique faces centrées et la répartition des charges électroniques des ions  $\text{Na}^+$  et  $\text{Cl}^-$  dans les plans et entre les plans va déterminer les systèmes de glissement préférentiels.

A basses températures, pour de faibles contraintes de cisaillement, les expérimentations en laboratoire montrent que le système de glissement coin  $\{110\}\{110\}$  est prépondérant surtout pour des sollicitations selon la direction  $\{100\}$  (Carter, Hansen, Heard, Mendelson, Poirier, Pontikis,...). Ces plans  $\{110\}$  sont de grande densité réticulaire, mais contrairement aux clivages (plan  $\{100\}$ ) ils sont électriquement neutres. Les liaisons ioniques entre  $\text{Na}^+$  et  $\text{Cl}^-$  se rompent et se reconstituent de proche en proche entre les plans au cours du glissement car les ions  $\text{Na}^+$  se positionnent face aux ions  $\text{Cl}^-$  et inversement (figure 6.3). C'est parce qu'il n'y a qu'une valence ionique par dipôle à rompre et à reconstituer que ces glissements nécessitent peu d'énergie et donc des contraintes faibles pour être activées. C'est aussi la raison pour laquelle le seuil de plasticité de la halite est faible au cours des essais mécaniques en laboratoire. Le fait que la structure cristalline de la halite possède un haut degré de symétrie intervient également.

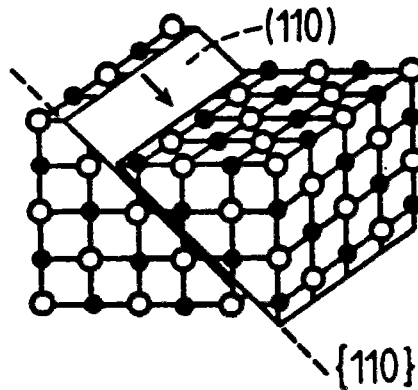


Figure 6.3: Système de glissement coin  $(110)\{110\}$

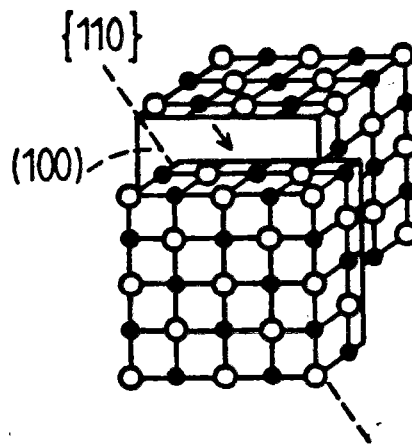


Figure 6.4: Système de glissement coin  $(100)\{110\}$

A plus haute température (cependant inférieure à  $500^{\circ}\text{C}$ ), une évolution en glissements croisés à l'aide des dislocations vis sur les plans  $(110)$  apparaît.

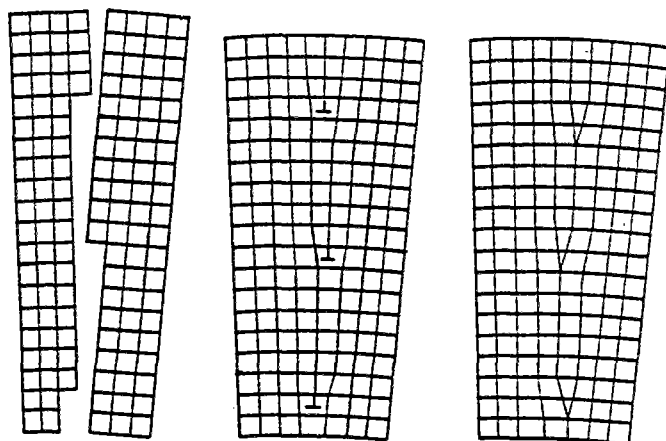
Pour des contraintes de cisaillement plus élevées ou une plus haute température, le glissement coin  $(100)\{110\}$  peut intervenir surtout lors de sollicitations selon  $\{111\}$  (figure 6.4). La combinaison des systèmes de glissement  $(110)\{110\}$ ,  $(100)\{110\}$  et des glissements croisés peut faire apparaître un pseudo glissement  $(111)\{110\}$ .

A haute température, ce n'est plus tellement le glissement des lignes de dislocation qui contrôle la déformation plastique mais plutôt les phénomènes de "montée" et "d'annihilation" des dislocations :

- le phénomène de montée des dislocations correspond à un déblocage des lignes de dislocation coin qui leur permet de s'organiser en parois donnant une sousstructure (sous-grains à faible désorientation, figure 6.5) de façon à accommoder les sollicitations mécaniques : c'est le phénomène de "polygonisation";

- l'annihilation des dislocations correspond à la disparition des dislocations dans les parois des sous-grains, elle permet la réorganisation continue de la sousstructure afin d'accommoder des contraintes constantes : c'est le phénomène de "restauration".





**Figure 6.5:** Schéma de principe du mécanisme de polygonisation : formation d'un joint entre deux sous-grains.

La succession de la montée et de l'annihilation des dislocations est rendue possible par des échanges de matière par autodiffusion des ions et surtout des lacunes et paires de lacunes lorsque l'énergie d'activation est suffisante (agitation des atomes). Ceci est possible à température élevée dans les conditions d'essais de laboratoire (Poirier 1971).

### **6.3. MECANISMES DE DEFORMATION CATACLASTIQUE ET PLASTIQUE DES ROCHES HALITIQUES**

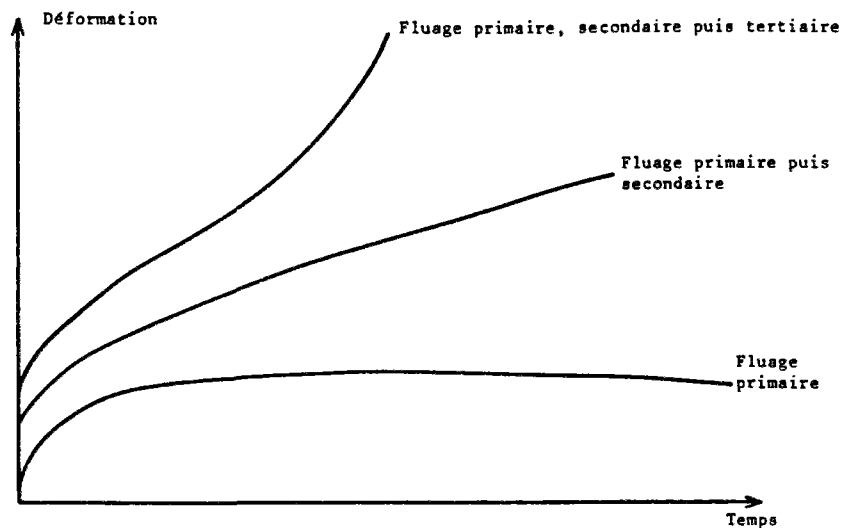
#### **6.3.1. Le fluage des roches halitiques**

La halite possède des propriétés physico-chimiques et structurales qui confèrent aux roches halitiques un comportement mécanique de type ductile dans tout le champ contrainte-température. Ce comportement correspond à une déformation interne de la roche par fluage.

Le fluage correspond à un écoulement de la roche sous l'effet d'une contrainte constante. Lors d'essais en laboratoire, on peut distinguer pour des conditions de contraintes stationnaires, trois régimes de fluage selon l'évolution de la vitesse de déformation, représentés par la courbe temps-déformation (figure 6.6) :

- le fluage primaire où la vitesse de déformation va diminuer du fait de l'écroutissage de la roche;
- le fluage secondaire où la vitesse de déformation est constante;
- le fluage tertiaire où la vitesse de déformation augmente jusqu'à la rupture.

En laboratoire, les essais de fluage ne permettent que des vitesses de déformation rapides, par contre, in situ à l'échelle des temps géologiques les



**Figure 6.6:** Courbe temps-déformation montrant les différents stades du fluage en laboratoire.

vitesses de déformation ne sont généralement pas du même ordre de grandeur et n'impliquent pas les mêmes mécanismes.

Le fluage des roches halitiques peut s'effectuer selon deux types de processus :

- par mouvement relatif de domaines avec déplacement à leurs limites;
- par transfert de matière aux limites des domaines.

Le premier cas correspond d'une part à la déformation plastique par déplacement de plans dans le réseau cristallin de la halite et d'autre part à la déformation cataclastique par déplacement le long des joints de grains ou de fragments de roches. Ces deux mécanismes peuvent être activés rapidement et donner de fortes vitesses de déformation compatibles avec la durée des essais en laboratoire.

Le deuxième cas correspond aux mécanismes de dissolution-cristallisation, la déformation s'effectuant par dissolution, transfert des ions dissous par les saumures et recristallisation aux limites des grains ou des agrégats de grains. En général, pour donner des déformations significatives, ces mécanismes nécessitent des durées assez longues rarement compatibles avec celles des essais en laboratoire.

### **6.3.2. Carte des mécanismes de déformation plastique des roches halitiques**

Les mécanismes de déformation plastique du réseau cristallin de la halite décrits précédemment sont à la base de la déformation plastique des roches halitiques. Dans la roche polycristalline il faut tenir également compte du fait que la déformation de chaque grain est gênée par ses proches voisins qui n'ont pas la même orientation cristallographique et sont entourés par des joints de grains.

En laboratoire, lors d'essais de fluage, les mécanismes de déformation varient en fonction des changements de conditions de pression et de température. A partir de nombreux essais et observations, une carte des

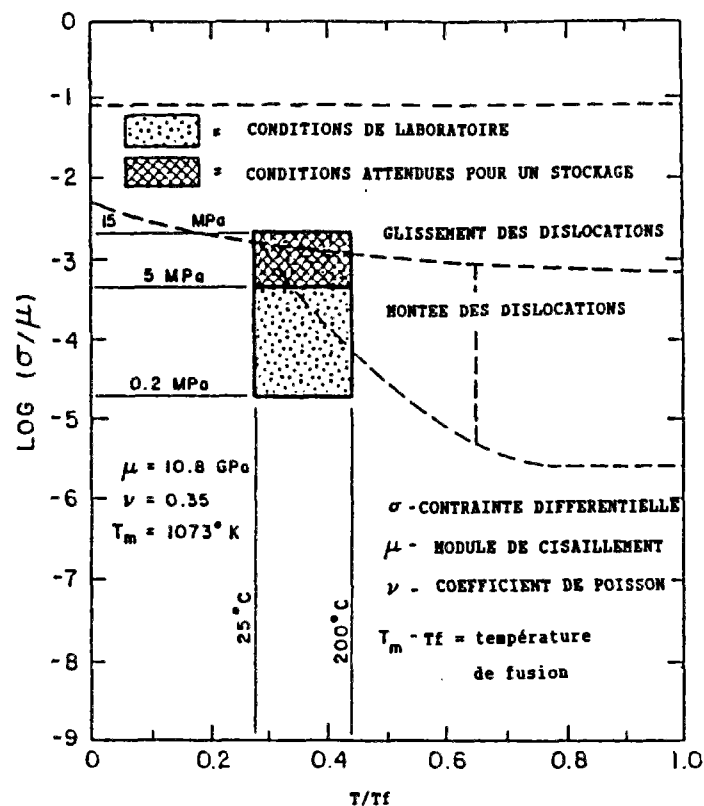


Figure 6.7: Carte des mécanismes de déformation de la halite (d'après Munson 1979, dans Hansen 1987)

mécanismes de déformation des roches halitiques (figure 6.7) à été dressée par Munson 1979 (dans Hansen 1987). Elle permet de diviser le champs contrainte-température en domaines où prédominent un ou plusieurs mécanismes. L'établissement de cette carte prend en compte de nombreux facteurs; elle n'est en fait valable que pour une certaine taille moyenne des grains de halite sans impuretés.

Pour les fortes contraintes et les faibles températures, c'est le glissement des dislocations qui prédomine jusqu'à leur blocage les unes contre les autres ou contre des joints de grains. A plus haute température, c'est le phénomène d'autodiffusion des ions et des lacunes autorisant la montée et l'annihilation des dislocations et permettant leur déblocage, qui contrôle la déformation (formation d'une sous-structure de polygonisation).

Les phénomènes de diffusion solide ne deviennent prédominants qu'à très haute température (supérieure à 700°C) ce qui est incompatible avec les températures atteintes dans les massifs salifères ou à proximité d'un stockage de déchets radioactifs. Nous ne les prendront donc pas en considération.

D'après les essais d'une durée moyenne de 6 mois effectués en laboratoire par Hansen (1987) sur des échantillons de roches halitiques impures provenant du bassin salifère de Palo Duro et sur des roches halitiques pures provenant d'un dôme. Les micromécanismes du fluage qui apparaissent en fonction des contraintes et des températures appliquées sont les suivants :

- à 25°C et 15 MPa, il obtient moins de 1% de déformation globale et observe une augmentation de la densité des lignes de dislocation;
- à 50°C, et 15 MPa, il obtient 2 à 3% de déformation globale et observe une très forte augmentation de la densité des dislocations avec l'apparition d'un certain nombre de bandes de glissement s'intersectant;

- à 75°C, et 15 MPa, il obtient 10% de déformation globale et on peut observer un "tableau" de bandes de glissement très dense donnant une sous-structure d'écrouissage;
- à 100°C, et 7,5 MPa, la déformation globale dépasse 10% et on peut observer une polygonisation des grains toujours accompagnée d'une grande densité de bandes de glissement;
- à 200°C, et 5 MPa, la déformation globale est rapidement très forte, la sous-structure de polygonisation est bien développée sans bandes de glissement ni de dislocation visibles à l'intérieur.

Hansen a pu mettre en évidence qu'à faible température et à contrainte identique, la déformation des échantillons de sel de dôme recristallisé est toujours supérieure à celle des échantillons provenant des formations salifères de bassin bien que les mécanismes soient les mêmes. Ce phénomène est attribué aux nombreuses impuretés contenues dans les faciès de sel de bassin par rapport au sel recristallisé relativement pur des dômes. Les impuretés provoquent une augmentation de la résistance au fluage en bloquant les lignes de dislocation et les bandes de glissement au même titre que les limites de grains. A plus haute température, l'autodiffusion des ions et des lacunes permet aux dislocations de franchir les sites d'impuretés qui n'influencent plus le fluage.

#### 6.3.3. La déformation cataclastique

C'est une déformation par fissuration et fragmentation de la roche en blocs, puis glissement de ces blocs les uns sur les autres. Elle est caractérisée par une augmentation de volume et correspond à une dilatance mécanique dans les essais de laboratoire. Elle se produit pour des vitesses de déformation rapides lorsque la contrainte de confinement est faible ou lors de décompressions aux parois de galerie souterraines par exemple. Dans ce cas le champs de contrainte est fortement déviatorique.

Cette déformation est intéressante à étudier car elle peut permettre la création d'un chemin de circulation rapide des saumures dans la roche et une augmentation sensible de la perméabilité.

#### 6.4. LES MECANISMES DE DEFORMATION DES ROCHES HALITIQUES PAR DISSOLUTION-CRISTALLISATION

##### 6.4.1. Introduction

Ce sont des mécanismes de déformation de roches solubles par transfert de matière à l'aide de saumures afin d'accommoder une distribution hétérogène des contraintes (Gratier, 1984). C'est l'un des rôles les plus importants des saumures dans le cadre de la déformation des roches halitiques où elles constituent à la fois le moteur et le vecteur du transfert de matière.

Pour les roches halitiques, on peut distinguer deux principaux types de "domaines" pouvant être soumis à un processus de dissolution et cristallisation :

- 1) des domaines constitués par les grains millimétriques à centimétriques, et les joints de grains contenant les saumures;
- 2) des domaines constitués par des agrégats de grains séparés par des fissures ou des joints ouverts.

L'étude de ces mécanismes de déformation par dissolution-cristallisation nécessite trois approches :

- l'étude des processus génétiques entrant dans la formation des domaines ainsi que l'aptitude de ces domaines à contenir des saumures;
- la connaissance de la répartition des contraintes et des températures autour de ces domaines;
- l'étude des processus physico-chimiques entre la halite soluble et la saumure.

#### **6.4.2. Processus génétiques entrant dans la formation des domaines dans les roches halitiques et aptitude de ces différents domaines à contenir des saumures**

##### **Structuration des joints de grains**

Le premier type de domaine constitué des grains et des joints de grains a pour origine les processus de sédimentation, de diagenèse et de déformation des roches. Pour ces domaines, la structure des joints de grains va jouer un rôle important car ils sont susceptibles de contenir les saumures.

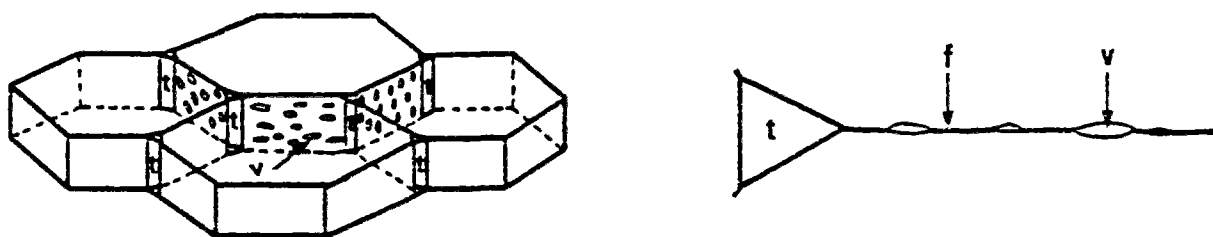
In situ, trois problèmes liés à la situation des saumures dans les joints de grains, se posent.

Tout d'abord, il faut connaître la morphologie de ces joints de grains. Pour la plupart des roches déformées ils sont matérialisés par une fine couche perturbée au niveau atomique et qui contient des petites cavités alignées remplies de fluides avec des micropores aux jonctions des grains ainsi que fréquemment un film fluide adsorbé le long du joint (figure 6.8) (d'après White et White 1981, dans Gratier 1984).

Dans le cas des roches halitiques nous avons montré que les joints de grains des cristaux de halite de la Bresse sont un peu plus complexes. Ils possèdent des morphologies très variables avec des cavités en flaques et en tubes interconnectées ou en inclusions, remplies de saumures in situ. Ces cavités sont souvent séparées soit par des zones de contact grain sur grain soit par des accès de pores nanométriques pouvant contenir un film fluide.

Les échantillons de halite recristallisée provenant du dôme de Asse ont montré des joints de grains très proches du modèle de White et White.

Un deuxième problème concerne le comportement de ces saumures intercristallines vis à vis de la température. Le comportement d'une phase fluide entre les joints de grains est fonction de la tension superficielle de l'interface solide-fluide (Kingery 1976, dans Gratier 1984). Si elle est



*f* : zone du réseau atomique perturbée; *V* : cavités; *t* : micropores

**Figure 6.8:** Modèle de structure des joints de grains dans les roches déformées (d'après White et White 1981, dans Gratier 1984).

faible, le fluide mouille entièrement le solide, si elle est forte le liquide se contracte en petites bulles indépendantes.

Bard (1980) et Gratier (1984) font l'hypothèse que pour les roches profondes, à température élevée, les fluides doivent mouiller complètement la roche. Dans le cas des joints de grains de halite, la forte réactivité thermodynamique des saumures vis à vis de la halite provoque un équilibrage rapide de la structure (chapitre 4). Quoiqu'il en soit, ce cas n'est pas simple et nécessite des investigations expérimentales que nous aborderons au chapitre 8.

Le troisième problème concerne le comportement mécanique de ces saumures et l'effet de la pression de fluide. Le cas des saumures contenues dans les joints de grains est très différent de celui des fluides contenus dans des roches poreuses entre les grains (grès ou calcaire non recristallisé par exemple) où l'on peut envisager que la phase fluide est continue. Dans le cas des joints de grains, la phase fluide est la plupart du temps discontinue et la répartition des contraintes ou des pressions de fluide est complexe.

Deux modèles sont classiquement admis pour simplifier le problème et effectuer des calculs de transfert de matière :

- le modèle de structure en couche mince de Elliot et Rutter 1976 (dans Gratier 1984, Spiers 1986) dans lequel les joints de grains contiennent un film fluide à pression uniforme, fortement adsorbé mais qui doit être capable de supporter des fortes contraintes de cisaillement, le transfert s'effectue depuis une zone de compression vers le fluide libre;

- le modèle de structure en îlots, (Raj, Chuyng 1981, dans Gratier 1984, Spiers 1986) où les contacts directs grains sur grains se font dans des zones à fortes contraintes normales (îlots), ils sont séparés par des zones remplies de saumures où la pression de fluide est uniforme et où l'on considère une vitesse moyenne de déplacement de matière, cette structure dépend beaucoup de l'orientation des contraintes et donc de l'agencement des grains.

Compte tenu des observations effectuées sur la structure des joints de grains (chapitres 3 et 4), c'est a priori le modèle de la structure en îlots qui correspond le mieux à l'état mécanique in situ des joints de grains des différents faciès halitiques.

#### fissuration des roches halitiques

La déformation cataclastique des roches halitiques provoque des clivages, des ouvertures de joints de grains ou même des fractures. On est alors dans ce cas dans le deuxième type de domaines constitué d'agrégats de grains séparés par des ouvertures. Le problème posé est de savoir si il y a des possibilités de pénétration et de circulation de saumures puis de savoir si ces saumures saturent ou non la porosité créée. A priori, les saumures contenues dans les joints de grains des faciès halitiques ne suffisent pas à remplir cette porosité par contre nous verrons lors du chapitre 8 que les inclusion fluides intracristallines sont susceptibles de migrer vers cette porosité dans certaines conditions.

#### 6.4.3. Répartition des contraintes et des températures autour des domaines

Il faut distinguer deux cas possibles, le cas d'un champ de contrainte à fort déviateur et le cas d'un champ de contrainte à fort confinement. Suivant l'un ou l'autre de ces cas, les processus de dissolution-cristallisation ne seront pas les mêmes et n'auront pas la même importance.

La durée de l'application de ces champs de contraintes est également très importante car les processus de dissolution-cristallisation sont lents. Si la vitesse de déformation est rapide, il faudra de grandes quantités de saumures pour que les processus de dissolution-cristallisation prennent une part importante dans la déformation des roches halitiques. Par contre si la vitesse de déformation est lente (à l'échelle de temps géologiques), les processus de dissolution-cristallisation peuvent devenir prépondérants dans la déformation des roches halitiques simplement avec les saumures contenues initialement dans la roche (Spiers et al 1989).

#### 6.4.4. Processus physico-chimiques de dissolution-cristallisation

Ces processus impliquent trois phénomènes :

- la dissolution;
- le transfert de la matière en solution;
- la cristallisation.

La vitesse du phénomène le plus lent va imposer la vitesse du changement de forme des grains et va donc contrôler la déformation par dissolution-cristallisation.

En fonction de la répartition des contraintes, de la géométrie des domaines et du mode de transfert, on peut distinguer trois mécanismes de déformation par dissolution-cristallisation.

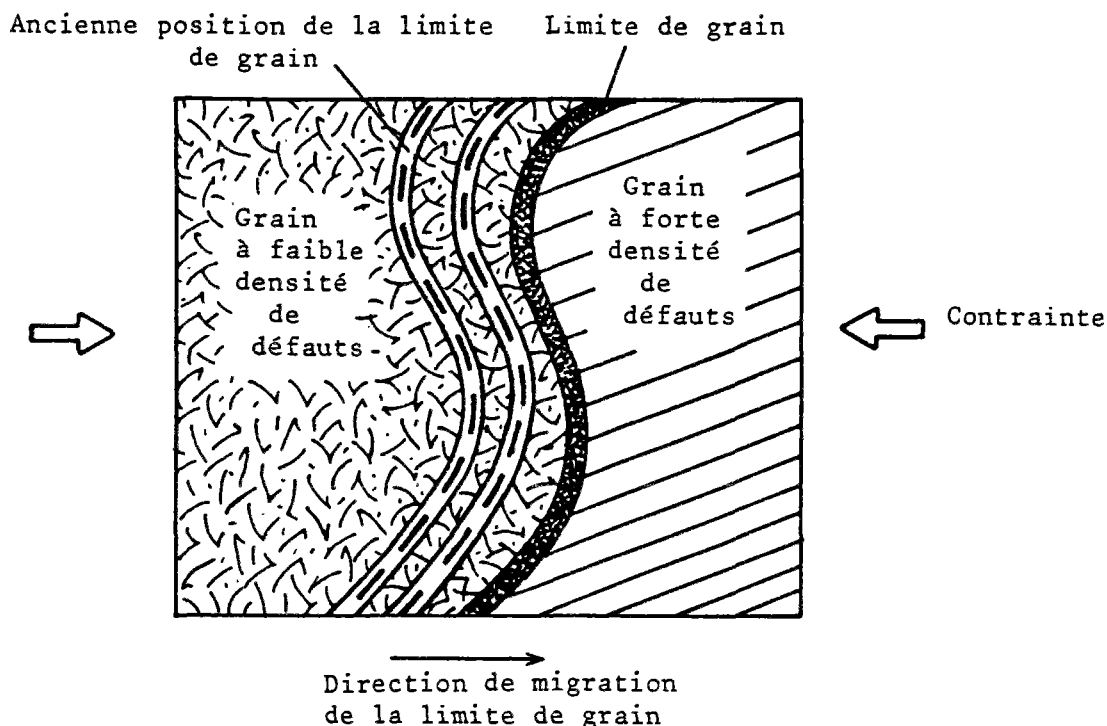


Figure 6.9: Schéma de principe de la migration de la limite d'un grain par dissolution-cristallisation induite par l'énergie interne

#### La dissolution-cristallisation induite par l'énergie interne des cristaux

C'est un mécanisme lié à l'énergie interne du réseau cristallin des grains de halite qui développe un transfert de matière par diffusion ionique aux joints de grains par l'intermédiaire d'une saumure fixe (Spiers et al 1986 et 1989, Garcia Celma 1989).

Le réseau cristallin de la halite emmagasine de l'énergie par la création de défauts soit lors de la croissance cristalline, soit pour dissiper l'énergie élastique accumulée lors de sollicitations mécaniques. Lorsque deux grains voisins possèdent une différence de densité de défauts, les potentiels chimiques de ces deux grains sont différents et vont tendre à s'équilibrer. C'est le moteur de la dissolution-cristallisation. En limite de grain, il y a dissolution dans les zones à fort potentiel chimique (nombreux défauts), transfert par diffusion dans la saumure présente puis recristallisation dans les zones à faible potentiel chimique (figure 6.9).

Ce mécanisme se produit lorsqu'une contrainte externe (énergie élastique) homogène ou hétérogène est appliquée. Il nécessite une faible vitesse de déformation ainsi qu'un champ de contraintes à fort confinement. Il peut également se produire par simple accommodation de contraintes résiduelles.

Ce mécanisme de dissolution-cristallisation aboutit à la migration des limites de grains.

Garcia Celma (1989) a montré qu'en l'absence de toute contrainte, on peut observer des migrations en limite de grains par dissolution-cristallisation simplement en irradiant l'échantillon car cela provoque une très forte et très hétérogène augmentation des défauts cristallins. Spiers (1986) a également mis en évidence ce phénomène dans des échantillons comprimés sous un fort



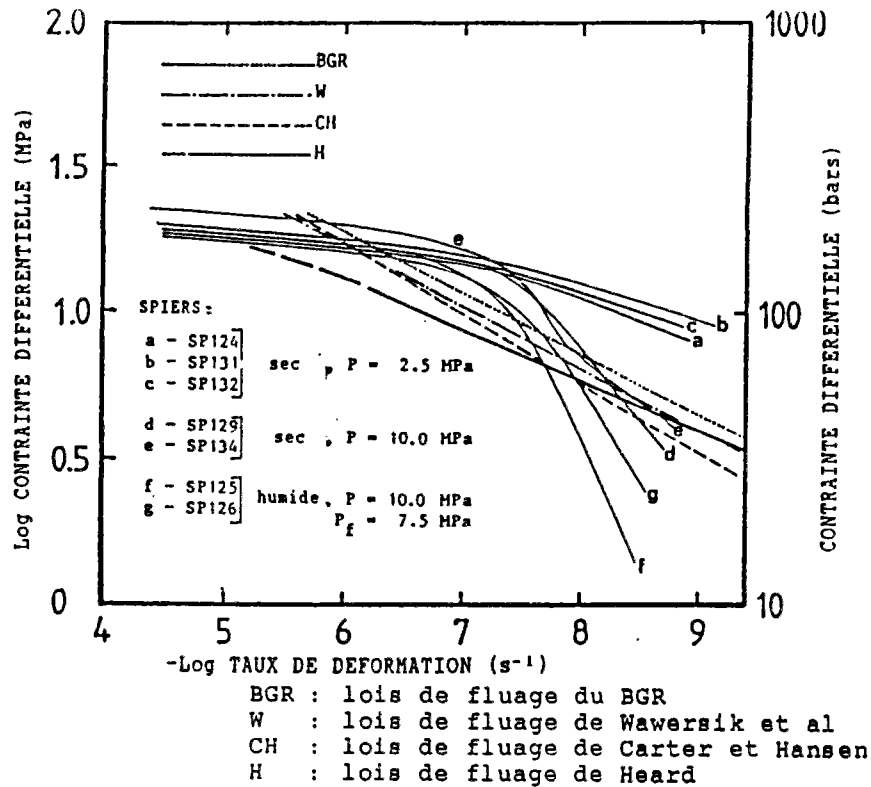


Figure 6.10: Courbe de fluage du sel Asse (d'après Spiers 1986)

confinement lors d'essais triaxiaux avec injection de saumures sous pression (figure 6.10).

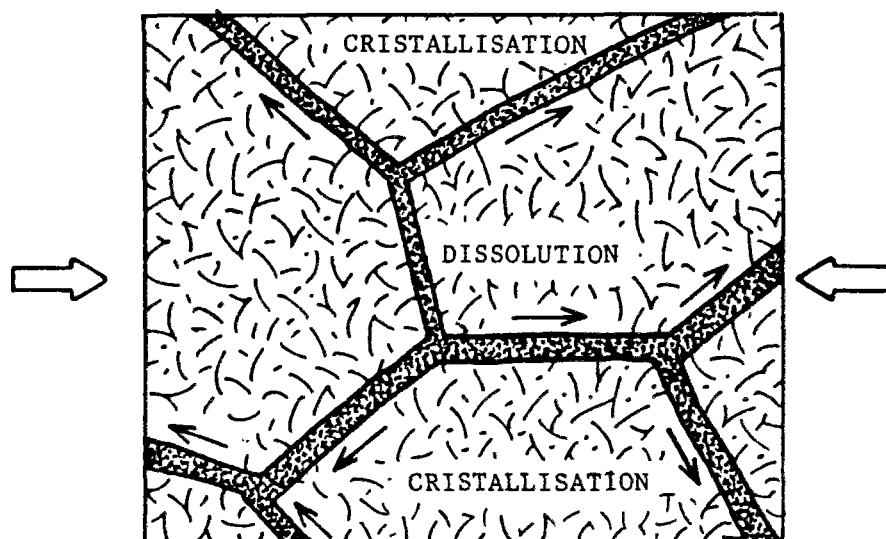
Sur cette figure, les courbes f et g ont été obtenues après injection de saumures dans l'échantillon. Ces courbes ainsi que celles résultant des essais avec prise de précautions pour conserver les saumures entre les joints de grains (a,b,c,d,e), montrent un taux de déformation plus élevé que les courbes de fluage résultant des essais antérieurs).

#### La dissolution-cristallisation induite par l'énergie de surface, phénomène de "pressure-solution"

(Raj 1982, Rutter 1976 dans Gratier 1984, Spiers et al 1989)

Ce mécanisme est lié au gradient d'énergie de surface disposé selon le gradient de distribution des contraintes avec transfert par diffusion à travers la saumure fixe entre les zones de fortes contraintes (zones de dissolution) et les vides ou zones de faibles contraintes (zones de cristallisation) (figure 6.11). Il correspond aux processus de "pressure-solution" mis en évidence dans les roches depuis longtemps.

Pour le type de domaine à grains et joints de grains suivant le modèle de structure en îlot, ce mécanisme est complexe. Il se produit lors de l'établissement d'un champ de contraintes à fort confinement et est en



**Figure 6.11: Schéma de principe de la dissolution-cristallisation induite par l'énergie de surface ("Pressure-solution")**

concurrence avec le mécanisme de dissolution-cristallisation induit par l'énergie interne (plasticité).

Pour le type de domaine à agrégats de grains et fissures (champ de contraintes déviatorique), il y a dissolution dans les zones à fortes contraintes et cristallisation dans les vides. Dans ce cas ce mécanisme est prépondérant encore faut-il que les fissures soient saturées en saumures. La compaction texturale lors de la diagenèse se produit selon ces mécanismes.

#### la dissolution-cristallisation induite par le transfert par infiltration de saumures

Ce mécanisme correspond à la dissolution dans certaines zones, transfert par circulation de saumures et précipitation dans des zones éloignées.

Ce mécanisme est très particulier et ne peut être que localisé. Il n'est pas dépendant de la répartition des contraintes mais peut être influencé par celle-ci. Il ne peut se produire que dans un champ de contraintes déviatorique ou par décompression des roches et nécessite des quantités de saumures suffisantes.

Dans ce cas, ce sont les processus de réaction aux interfaces (dissolution et cristallisation) qui vont contrôler la vitesse de déformation.

C'est un mécanisme de déformation qui peut se produire lors de la diagenèse et qui est bien connu dans les massifs calcaires où de nombreux marqueurs témoignent de son action (Gratier 1894).

#### 6.4.5. Conclusion

Il est clair que les mécanismes de déformation par dissolution-cristallisation sont très importants mais discontinus car ils se produisent

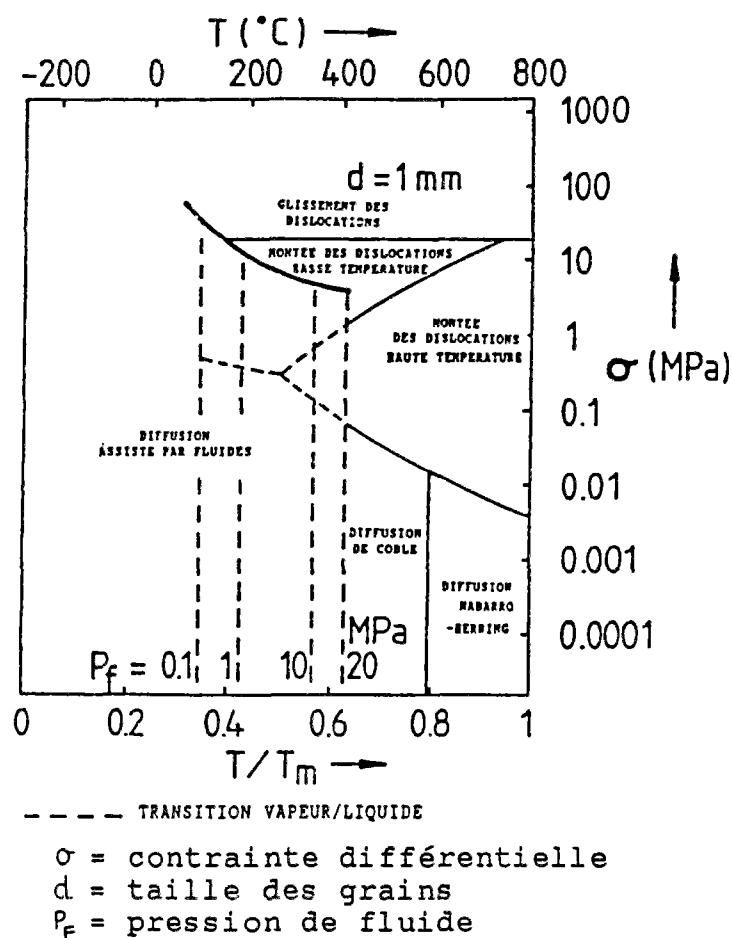


Figure 6.12: Carte des mécanismes de déformation de la halite (d'après Spiers 1986).

autour de domaines. La carte des mécanismes de déformation modifiée par Spiers (figure 6.11) met en évidence que la dissolution-cristallisation est un mécanisme prédominant dans une grande partie du champ de contrainte et de température.

Cependant, nous avons également montré que les proportions et la répartition des saumures dans les roches halitiques font que ces processus ont une cinétique très lente, ils ne vont donc intervenir de façon prépondérante dans la déformation qu'à très long terme (échelle des temps géologiques), encore faut-il savoir si cette déformation est localisée dans certaines parties de la roche ou si elle est générale.

Ces mécanismes de déformation peuvent intervenir à une échelle de temps humaine lorsque les proportions de saumure sont très élevées, par exemple dans le cas des "glaciers de sel" d'Iran du fait de l'eau piégée dans la roche lors des périodes pluvieuses (Wenkert 1979 dans Talbot et Jackson 1987) ou encore dans le cas des essais expérimentaux de fluage avec ajout de saumures (Spiers 1986, figure 6.10).

## 6.5. LA RECRISTALLISATION DYNAMIQUE

C'est le phénomène de recristallisation à l'état solide des grains de la roche lors de sollicitations mécaniques et thermiques. Ce concept est connu depuis longtemps en métallurgie et en céramique. Il a été généralisé par la suite aux roches (Nicolas et Poirier 1976, Urai et al 1987). Au sens large, il regroupe l'ensemble des processus aboutissant à un changement de texture de la roche par disparition des anciens grains et création de nouveaux grains lors de la déformation plastique.

Pour les roches, cette recristallisation est un processus de déformation à l'échelle des temps géologiques car il nécessite de longues durées du fait des conditions de contrainte et de température régnant dans le milieu naturel.

Dans le cas des cristaux de halite, suivant les conditions de contraintes et de températures, Guillope et Poirier (1979) ont mis en évidence deux régimes :

- la recristallisation par rotation des sous-grains dans laquelle l'apparition de nouveau grains se fait par réorientation progressive des sous-grains et par accentuation de la polygonisation, elle se produit à température supérieure à 200°C en laboratoire;

- la recristallisation par migration des limites de grains qui se produit à une très haute température (supérieure à 500°C) à laquelle les joints deviennent très mobiles et peuvent migrer.

La plupart des auteurs s'accordent à penser que seule la recristallisation par rotation doit se produire dans des conditions naturelles.

## 6.6. CONCLUSION

A partir de cette synthèse bibliographique des mécanismes de déformation des roches halitiques, on peut se poser le problème de savoir quelle est la part de chacun des deux processus, rotation des sous-grains ou dissolution-cristallisation, dans la recristallisation dynamique d'un échantillon de sel du type de celui de la Bresse et dans sa transformation pouvant aboutir à un sel recristallisé du type de celui du dôme de Asse.

Les valeurs de porosité non négligeables à l'échelle de la roche que nous avons mesurées (chapitre 3) ainsi que le fait que les joints sont remplis in situ de saumures (chapitre 4) permettent a priori d'avancer l'hypothèse que la déformation par dissolution-cristallisation peut être généralisée.

Il est également important de savoir si ces mécanismes de dissolution-cristallisation peuvent avoir une influence à court terme lors d'une modification du champ de contrainte et d'une élévation de la température.

Nous allons essayer d'approcher expérimentalement ces deux points dans les chapitres suivants.

## - CHAPITRE 7 -

### APPROCHE EXPERIMENTALE DE LA DEFORMATION CATACLASTIQUE ET PLASTIQUE DES ROCHES HALITIQUES DE LA BRESSE PAR L'OBSERVATION EN COURS D'ESSAI EN MICROCELLULE DE FLUAGE

#### COMPORTEMENT LORS DE L'INJECTION DE SAUMURES

#### 7.1. INTRODUCTION

La déformation cataclastique induite lors de sollicitations mécaniques et thermiques est très importante vis à vis des possibilités d'action des saumures car elle permet une augmentation de la porosité et de la perméabilité par création de fissures ce qui d'une part crée une nouvelle possibilité de circulation de ces saumures et d'autre part rend possible les mécanismes de dissolution-cristallisation induits par l'énergie de surface. La déformation plastique des grains va également intervenir dans la déformation globale de la roche et ne doit pas être négligée.

L'objectif du travail résumé dans ce chapitre a été de visualiser expérimentalement les interactions entre la déformation cataclastique et la déformation plastique des différents faciès halitiques de la Bresse à l'aide d'une lame épaisse de matériau placée dans une microcellule de fluage conçue au Centre de Géologie de l'Ingénieur et qui permet d'observer la déformation en continu au cours de l'essai.

Une modification de la cellule pour l'injection de saumures en cours d'essai, a été réalisée afin de visualiser le comportement mécanique des lames épaisses intactes ou déjà fissurées lors d'un essai préalable et dont la porosité est saturée en saumure.

#### 7.2. LA MICROCELLULE DE FLUAGE, MOYEN D'OBSERVATION EN CONTINU DE LA DEFORMATION DES ROCHES HALITIQUES

##### 7.2.1. La microcellule et son environnement

###### Présentation (Planche 7.1)

La microcellule d'essai de fluage utilisée est assez originale car elle permet l'observation complète d'une lame épaisse (5 mm) de roche halitique au cours d'un essai sous sollicitations mécaniques et thermiques. La transparence de la halite permet d'avoir une vision tridimensionnelle des cristaux à travers la lame épaisse en lumière transmise. Les observations peuvent se faire à l'oeil nu ou par un système d'observation au microscope optique à l'aide d'une platine aménagée qui a été développée au cours de cette étude.

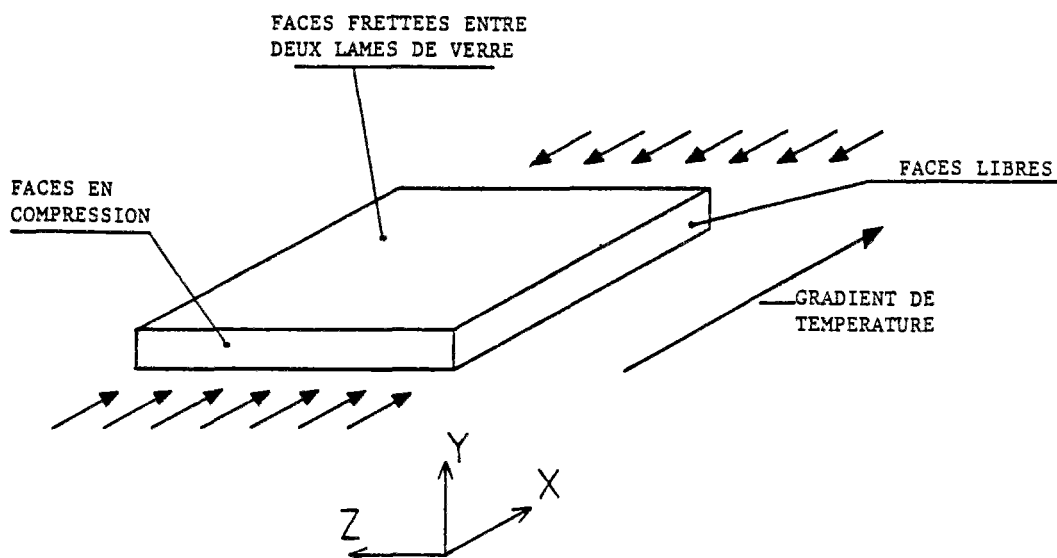


Figure 7.1: Principe de l'essai mécanique et thermique en microcellule

Ce système s'est avéré parfaitement adapté pour observer le comportement des inclusions fluides et des joints de grains. Le système d'injection de saumures en cours d'essai reprend celui mis au point lors du chapitre 3.

#### Principe de l'essai mécanique en microcellule

Sa conception s'inspire essentiellement des dispositifs décrits par Urai (1983) pour étudier le fluage de la carnallite et de la bischoffite et par Lliboutry (1965) pour étudier le fluage de la glace. Elle s'inspire également des platines à écrasement ou de platines chauffantes classiques en microscopie.

Le principe consiste à exercer une contrainte sur une lame de matériau parallélépipédique de dimension 5cm x 4cm et de 5mm d'épaisseur placée dans la microcellule (figure 7.1). La lame épaisse est placée entre deux lames de verre de 8mm d'épaisseur, perpendiculaires à Y de tel sorte que la déformation selon cette direction soit impossible. Selon X, l'action d'un piston développe une contrainte principale  $\sigma_1$ , les faces perpendiculaires à Z sont libres.

Le système de génération de pression utilise comme source la pression de l'air comprimé du réseau commun du laboratoire, variable de 0 à 4 bars, un multiplicateur de pression permet par l'intermédiaire d'un vérin de donner une contrainte sur la lame épaisse jusqu'à 20 MPa.

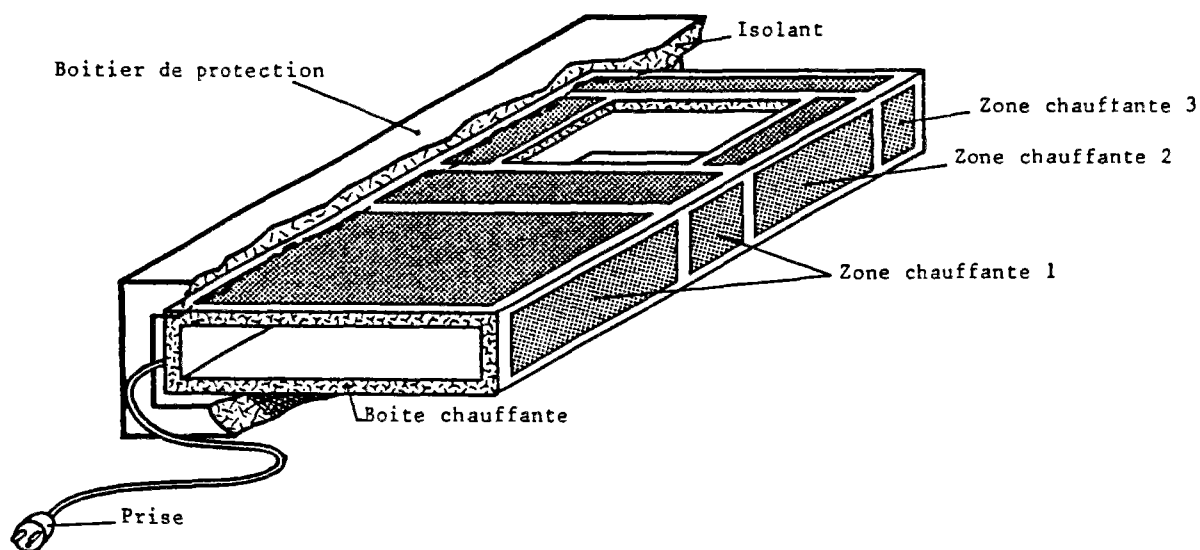


Figure 7.2: Schéma indiquant la position des résistances chauffantes à l'intérieur de la boîte

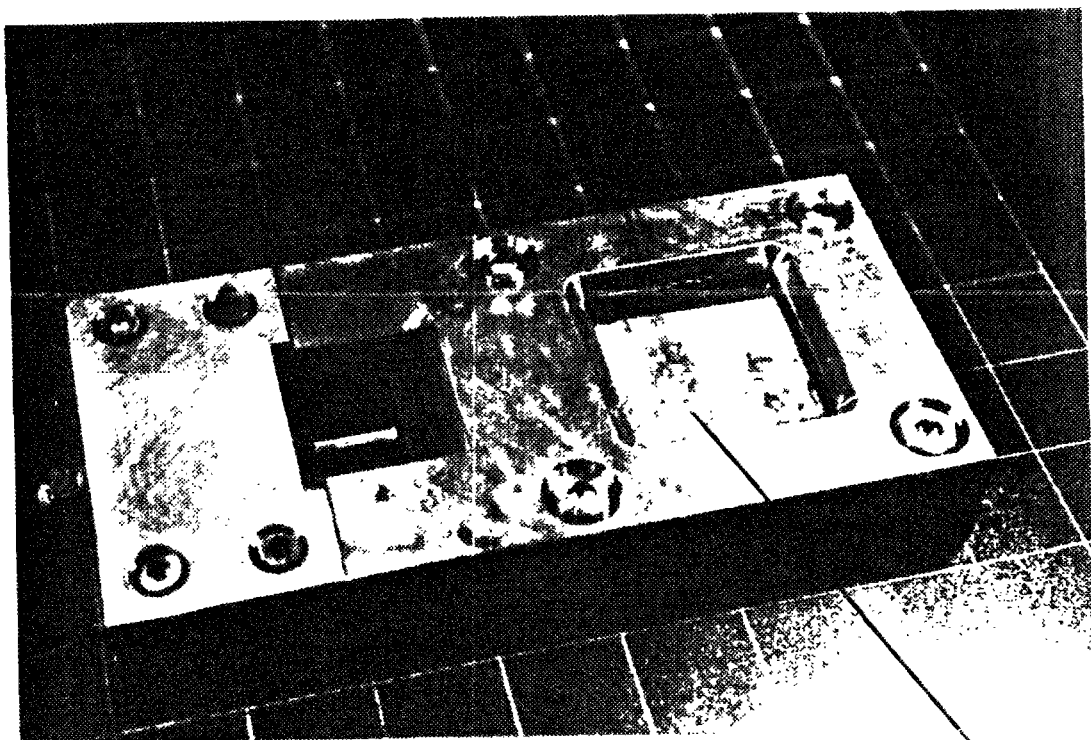
### Sollicitations thermiques

Afin de pouvoir faire des essais de fluage en température avec un gradient selon la direction X, une boîte chauffante a été confectionnée (figure 7.2), trois zones ont été constituées par la juxtaposition de résistances chauffantes placées dans les parois de la boîte ce qui permet à l'aide de deux doubles régulateurs de température et de deux thermocouples placés dans la microcellule (cliché b planche 7.1), d'obtenir une température homogène sur tout l'échantillon ou bien un gradient de température. La température ainsi obtenue peut prendre des valeurs allant de la température ambiante jusqu'à 150°C. Le gradient moyen dans l'échantillon peut aller de 1°C/cm jusqu'à 3°C/cm.

### Validité des essais

L'essai mécanique en microcellule n'est pas un essai conventionnel et il ne permet pas d'accéder directement aux caractéristiques rhéologiques du matériau. Une analyse de la répartition des contraintes en photoélastimétrie a été effectuée (Le Cleac'h, van Hasselt 1989, communication orale), elle a montré une bonne homogénéité des contraintes sur la majeure partie de la lame, seules les limites et notamment les coins de la lame montrent une répartition hétérogène et une concentration des contraintes.

Concernant l'application des sollicitations thermiques, quelques problèmes se sont posés du fait de la déperdition de chaleur à travers les lames de verres non protégées (à cause de la nécessité d'observation) qui a faussé localement l'homogénéité du gradient sur les bords de la lame.

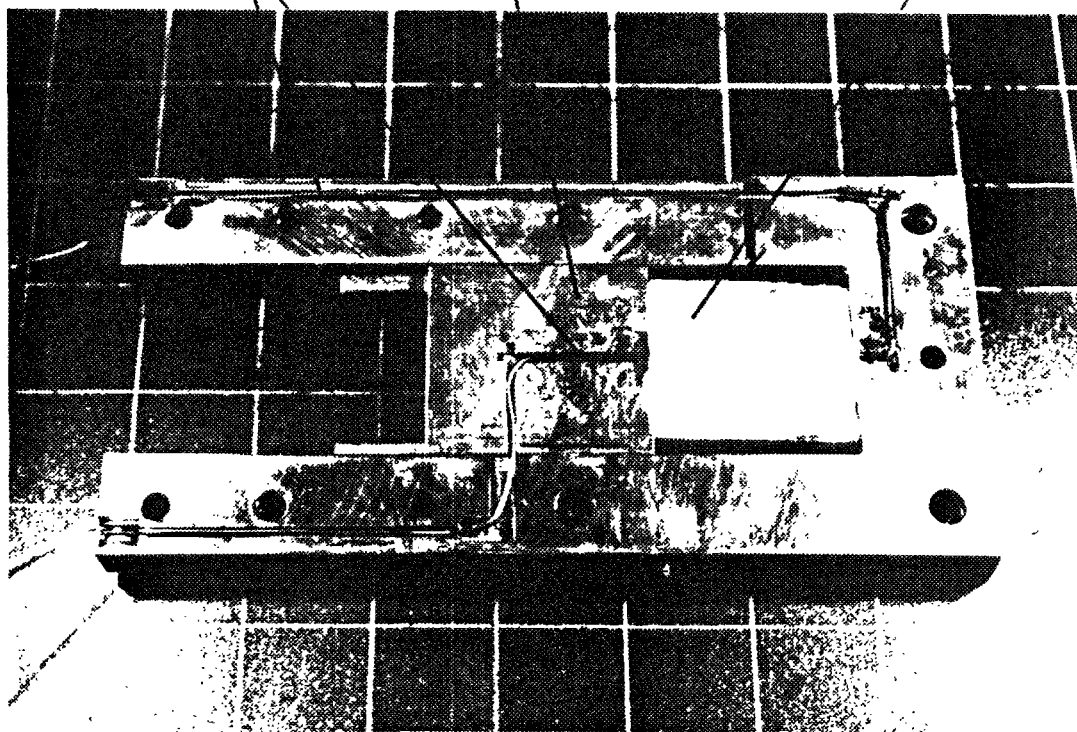


a

Lame épaisse  
5x4 cm

Thermocouples

Piston



b

Planche 7.1: Clichés photographiques de La microcellule de fluage



## 7.2.2. Déroulement des essais réalisés

### Conditions des essais

Il est à noter que les essais effectués au cours de cette étude sont parmi les tous premiers réalisés avec la microcellule de conception récente. Ceci implique que de nombreux problèmes techniques se sont posés et que les résultats obtenus pourront être vraisemblablement améliorés lors d'études ultérieures notamment en ce qui concerne le déroulement et le traitement des observations.

Pour l'étude présentée ici, deux microcellules ont été disponibles l'une durant 5 mois, l'autre durant 4 mois. Trois types d'essais ont été réalisés :

- deux essais dits de longue durée (de l'ordre de 1 à 2 mois);
- quatre essais dits de moyenne durée (une semaine à 10 jours);
- des essais de courte durée (1 à 2 jours) lors de l'étude du comportement des inclusions fluides.

L'un des principaux paramètres qui conditionne le déroulement des essais de longue et moyenne durée est la vitesse de montée en contrainte et en température qui peut influencer les résultats. En fonction des différents objectifs recherchés au cours de chaque essai, nous avons défini deux lois de montée en contrainte et en température :

#### 1) Essai de longue durée :

- montée en contrainte relativement lente suivant une progression géométrique toutes les heures jusqu'à 1,5 MPa (10h) puis augmentation régulière de 1,5 MPa par jour jusqu'à 7,5 MPa (5 jours au total).
- montée en température rapide : 1°C/mn jusqu'à 50°C, puis 5°C/h jusqu'à 110°C (avec un gradient de 2°C/cm).

#### 2) Essai de moyenne durée :

- montée rapide en contrainte suivant une progression géométrique toutes les heures pendant 5 heures jusqu'à 1,5 MPa puis augmentation régulière de 1,5 MPa par heure jusqu'à 7,5 MPa (9 heures au total).
- montée en température très rapide : 1°C/mn jusqu'à 110°C (avec un gradient de 2°C/cm).

Lors du déroulement des essais, le système de génération de pression a bien fonctionné. Par contre, des coupures du courant électrique ont entraîné des problèmes d'arrêt du système de chauffe ce qui a entraîné quelques perturbations de courte durée d'un des essais.

## Système d'observation

Les observations ont été faites à deux échelles différentes:

- à l'échelle de la lame épaisse, à l'aide d'un appareil photographique équipé d'un zoom permettant d'avoir une vue globale;
- à l'échelle des grains, au moyen d'un microscope pétrographique de recherche LEITZ équipé d'une chambre photographique et doté d'objectifs à grande distance frontale permettant malgré la présence des lames de verre épaisses de la fenêtre de la microcellule, d'observer en lumière transmise, en surface ou en profondeur dans la lame de sel des détails compris entre 5  $\mu$ m et 5 mm.

Les prises de vue se sont échelonnées au cours de l'essai avec des périodicités variables suivant le but recherché.

### 7.3. OBSERVATION EN CONTINU DE LA DEFORMATION CATACLASTIQUE ET PLASTIQUE DE LAMES EPAISSES DE SEL LAITEUX ET DE SEL PHENOBLASTIQUE

#### 7.3.1. Essai de fluage de longue durée à montée en contrainte et température lente sur une lame épaisse de sel laiteux

##### Introduction

Les conditions de l'essai sont représentées en figure 7.3. La planche 7.2 montre les clichés photographiques de l'état initial et de l'état final. La figure 7.4 représente les schémas de la lame avec certains grains bien visibles en surface lors de l'état initial et de l'état final ainsi que lors d'un état intermédiaire.

L'essai a été effectué sur une lame épaisse de sel laiteux provenant de l'échantillon SBL06 possédant une texture mixte de type I et III (cf chapitre 2) à cristaux de halite laiteuse et limpide.

##### Observations de la déformation à l'échelle de la lame épaisse

Après 40 jours d'essai avec une contrainte de 7,5 MPa et une température de 110°C, la déformation de la lame selon X est de 13%. Après 50 jours, et du fait de l'augmentation de la contrainte jusqu'à 15 MPa et de la température jusqu'à 130°C, la déformation selon X est de 16% puis de 22% après l'augmentation jusqu'à 175°C.

Aucune grande fracture n'est apparue dans la lame épaisse, par contre, les grains de halite se sont déformés plastiquement selon la direction libre Z. Seuls les grains notés a,b,c,d,e,f sont représentatifs du fait de leurs contours bien observables. Dans l'ensemble, les volumes des grains (surfaces) ne sont a priori pas modifiés. Par contre, ils se déforment tous par aplatissement passant d'une direction d'allongement moyenne suivant X à une direction d'allongement moyenne selon Z. Un certain nombre de grains ont également subi une légère distorsion (c,d,e,f) d'autres ne présentent pas ce caractère (a,b,g). Ceci est probablement dû à la répartition hétérogène des contraintes en bordure de la lame ainsi qu'à un morceau manquant dans la forme initiale.

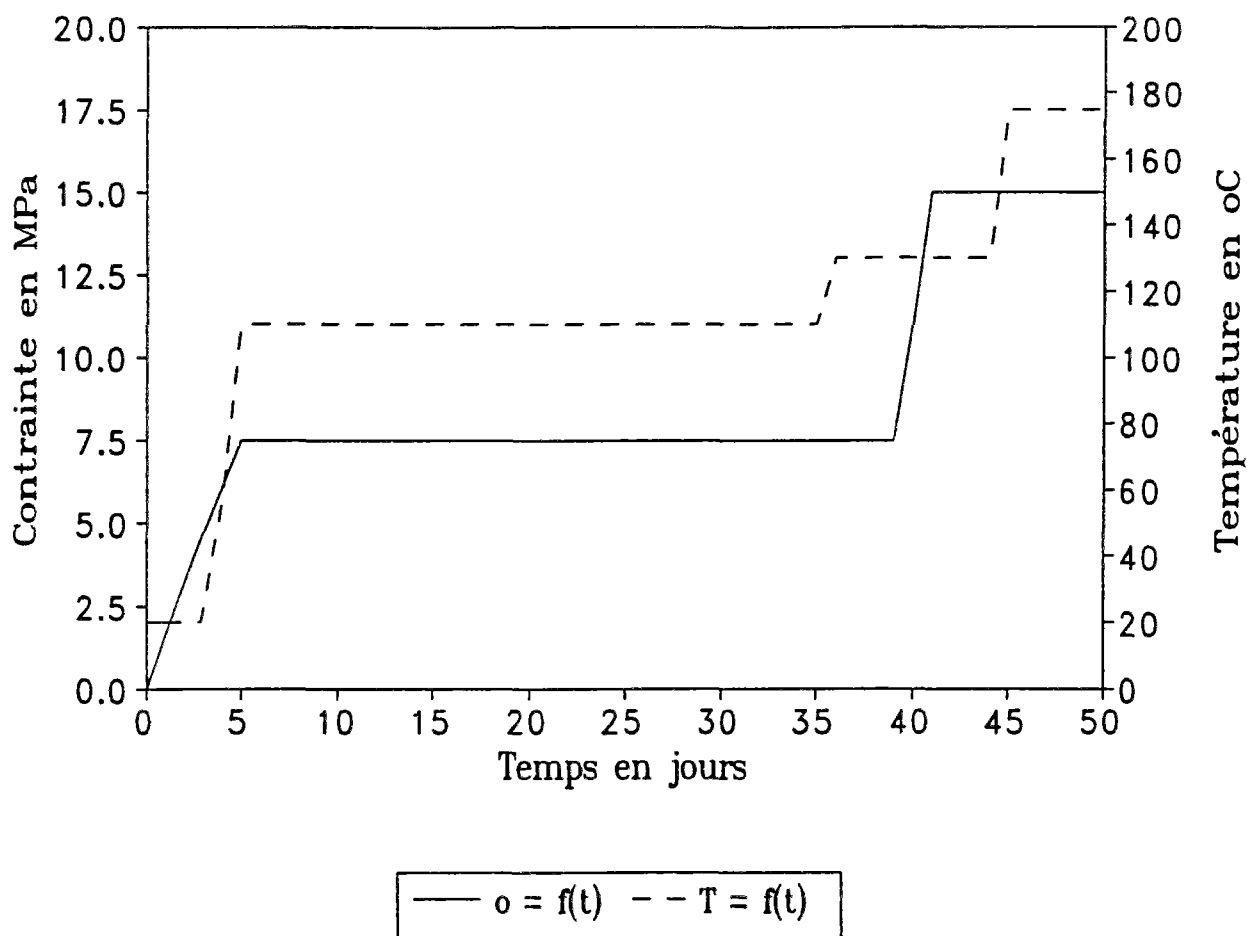


Figure 7.3: Evolution de la température et de la contrainte au cours de l'essai de longue durée sur une lame de sel laiteux

#### Observation à l'échelle des grains

Lorsque l'on suit l'évolution de la déformation des grains au microscope, on s'aperçoit que la plupart des joints orientés plus ou moins parallèlement à X s'ouvrent de manière continue (écartement visible supérieur à 5  $\mu\text{m}$ ) dès la fin de la montée en contrainte et en température.

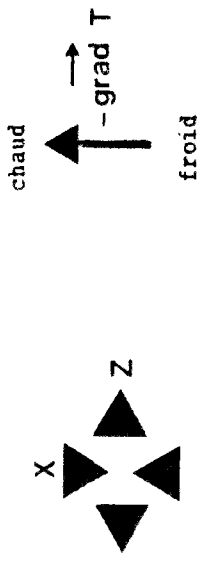
Deux exemples de joints suivis quotidiennement sont représentés sur les planches 7.3 et 7.4 avec l'état initial et final ainsi que deux états intermédiaires. Dans les deux cas, on peut observer le décollement des grains le long de la surface subparallèle à X (stade b), puis un agrandissement de l'espace entre les deux surfaces. La fissure évolue dans les deux cas par augmentation de l'ouverture suivant Z et réduction de la longueur suivant X de la même manière que la déformation plastique des grains. L'essai n'a malheureusement pas pu être prolongé car le piston de la microcellule est arrivé en bout de course du fait du taux élevé de déformation atteint.



état initial

t=0

1 cm



état final

t=50j

PLANCHE 7.2 - CLICHES PHOTOGRAPHIQUES PRESENTANT L'ETAT INITIAL ET L'ETAT FINAL DE LA LAME DE SEL LAITEUX POUR L'ESSAI DE FLUAGE DE LONGUE DUREE A MONTÉE EN CONTRAINTE ET TEMPERATURE LENTE.

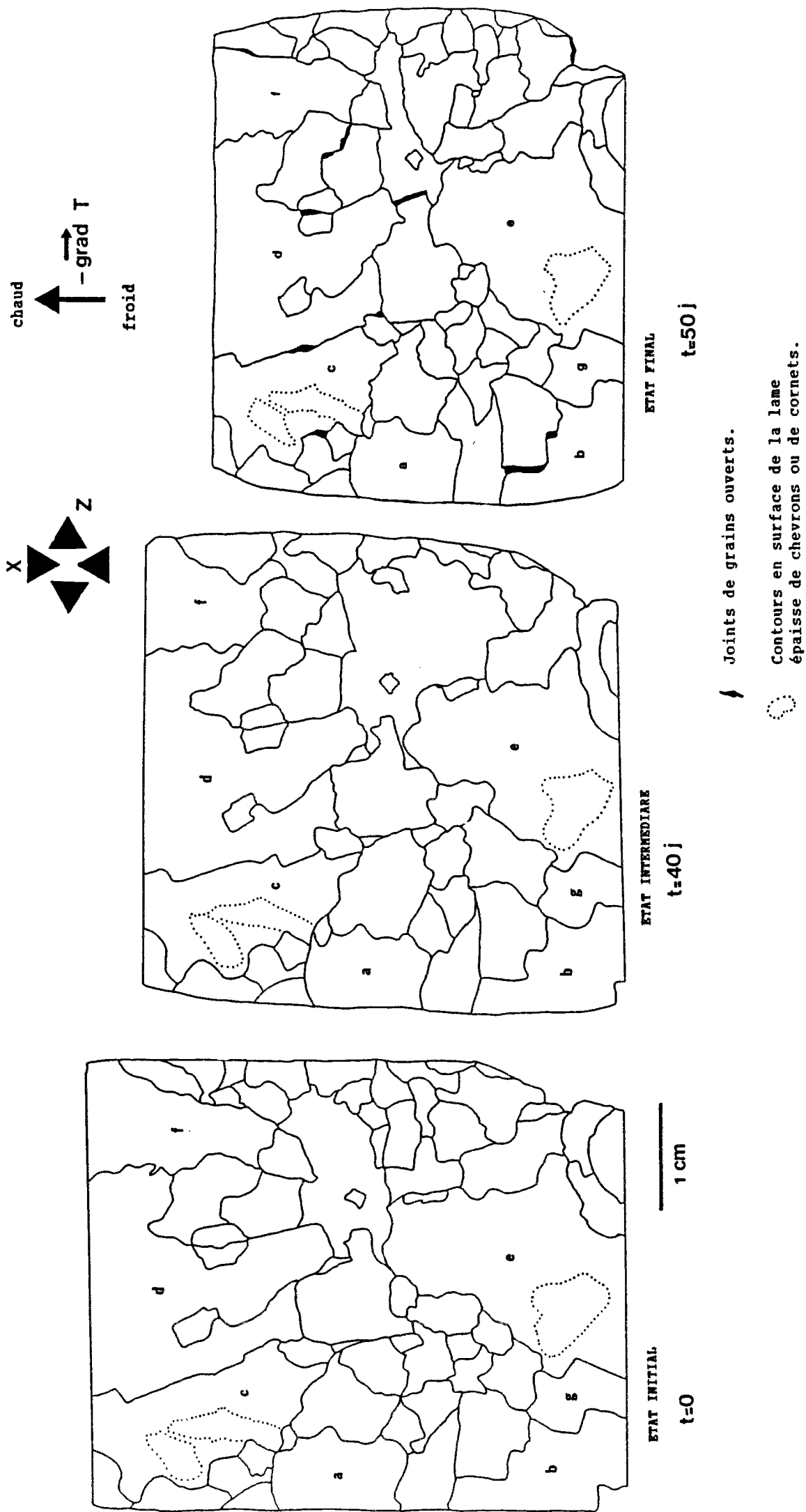


FIGURE 7.4 - SCHEMA DE LA SURFACE DE LA LAME EPAISSE DE SEL LAITEUX AU COURS DE L'ESSAI DE LONGUE DUREE A MONTÉE EN CONTRAINTE ET TEMPERATURE LENTE.



a t=0



b t=21 j

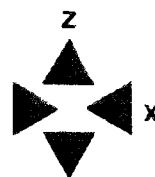


c t=40 j



d t=50 j

ouverture  
du joint



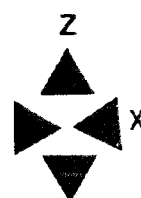
100  $\mu\text{m}$

amorce de  
fermeture

PLANCHE 7.3 - CLICHES PHOTOGRAPHIQUES PRESENTANT LES STADES SUCCESSIFS DE L'OUVERTURE D'UN JOINT DE GRAIN (I) DANS LA LAME EPAISSE DE SEL LAITEUX LORS DE L'ESSAI DE LONGUE DUREE EN MICROCELLULE.



ouverture  
du joint



100  $\mu$ m

PLANCHE 7.4 - CLICHES PHOTOGRAPHIQUES PRESENTANT LES STADES SUCCESSIFS DE L'OUVERTURE D'UN JOINT DE GRAIN (II) DANS LA LAME EPAISSE DE SEL LAITEUX LORS DE L'ESSAI DE LONGUE DUREE EN MICROCELLULE.

## Interprétations

La vitesse de montée en contrainte imposée provoque assez rapidement une fissuration (visible au microscope seulement) par l'ouverture selon Z des joints de grains orientés selon X. Ces fissures de tension évoluent rapidement de façon continue vers une fermeture. Les grains et les joints ouverts ne se déforment pas par glissement dans des directions imposées par les joints ni par fracturation intragranulaire (cas de grains rigides) mais suivant les directions imposées par la plasticité des grains. Ceci indique que dans ce cas, c'est la plasticité des grains qui prédomine sur la fissuration. Les joints de grains ne dirigent pas la déformation des grains mais réduisent simplement la vitesse de déformation du milieu polycristallin en comparaison avec la déformation d'un monocristal.

La figure 7.5 schématise l'évolution du joint représenté en planche 7.3.

Dans cet essai, la déformation de la lame épaisse est donc plutôt de type plastique.

### 7.3.2. Essai de fluage de moyenne durée sur une lame épaisse de sel laiteux avec montée rapide en pression et en température

#### Introduction

Cet essai a été effectué afin d'observer l'influence d'un établissement rapide des sollicitations sur la déformation d'une lame épaisse de sel laiteux. La planche 7.5 montre les clichés photographiques de l'état initial et final, les schémas représentent la fissuration apparue en cours d'essai.

L'essai a été effectué sur une lame de sel laiteux provenant de l'échantillon SBL06, possédant une texture de type I, constitué essentiellement de cristaux de halite laiteuse.

#### Observation de la déformation

La déformation globale correspond à un raccourcissement selon X de 12%. A l'échelle de la lame, l'apparition de fissures se fait dès la fin de la montée en contrainte et en température. Ces fissures proviennent de l'ouverture des joints de grains parallèles à X, elles évoluent en fractures larges (1 à 3 mm d'épaisseur) pouvant s'interconnecter et traversant la lame de part en part.

Les grains de halite sont à la fois déformés plastiquement et souvent désolidarisés les uns des autres en fin d'essai, notamment ceux qui sont situés à proximité des zones de fractures. A l'échelle des grains, on peut observer qu'une grande partie des joints parallèles ou perpendiculaires à X se sont ouverts.

#### Interprétation

L'imposition rapide des sollicitations provoque l'ouverture des joints de grains et la désolidarisation de ces grains. Les fractures interconnectées vont accommoder une grande partie de ces contraintes par glissement des surfaces les unes contre les autres. Cependant, les grains se déforment aussi



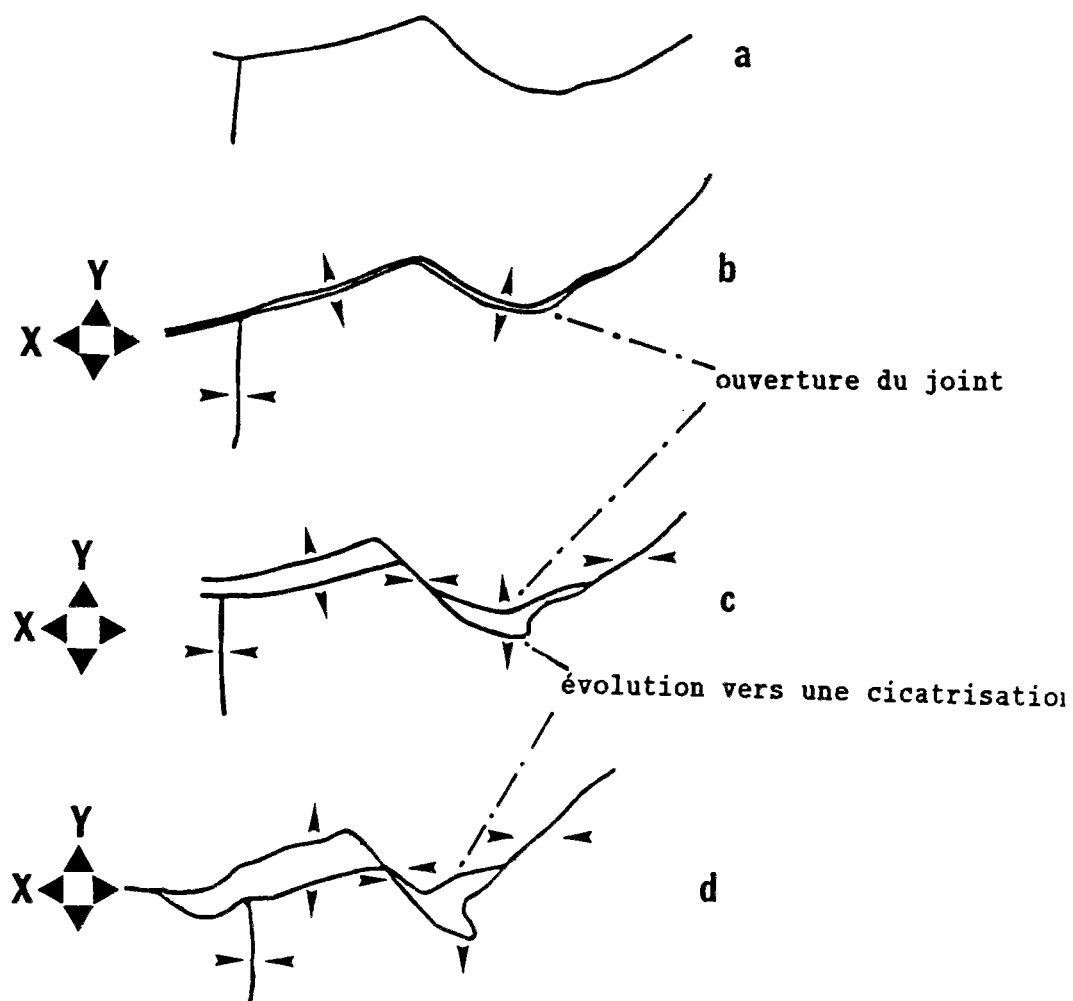


Figure 7.5: Schéma de l'évolution du joint de grain représenté en planche 7.3 lors de l'essai de longue durée.

plastiquement et sans clivages ce qui indique qu'il y a compétition entre la déformation cataclastique et la déformation plastique.

### 7.3.3. Essai sous sollicitations mécaniques seules

Un essai de fluage sur une lame de sel laiteux sans élévation de la température et avec une montée rapide en contrainte jusqu'à 15 MPa puis maintien de la contrainte durant 5 jours, n'a montré aucune déformation observable à l'échelle de la lame. A l'échelle des grains, certains joints de grains se sont ouverts. Cet essai montre que la température joue un rôle très important tant pour la déformation plastique que pour la déformation cataclastique (cas précédent).

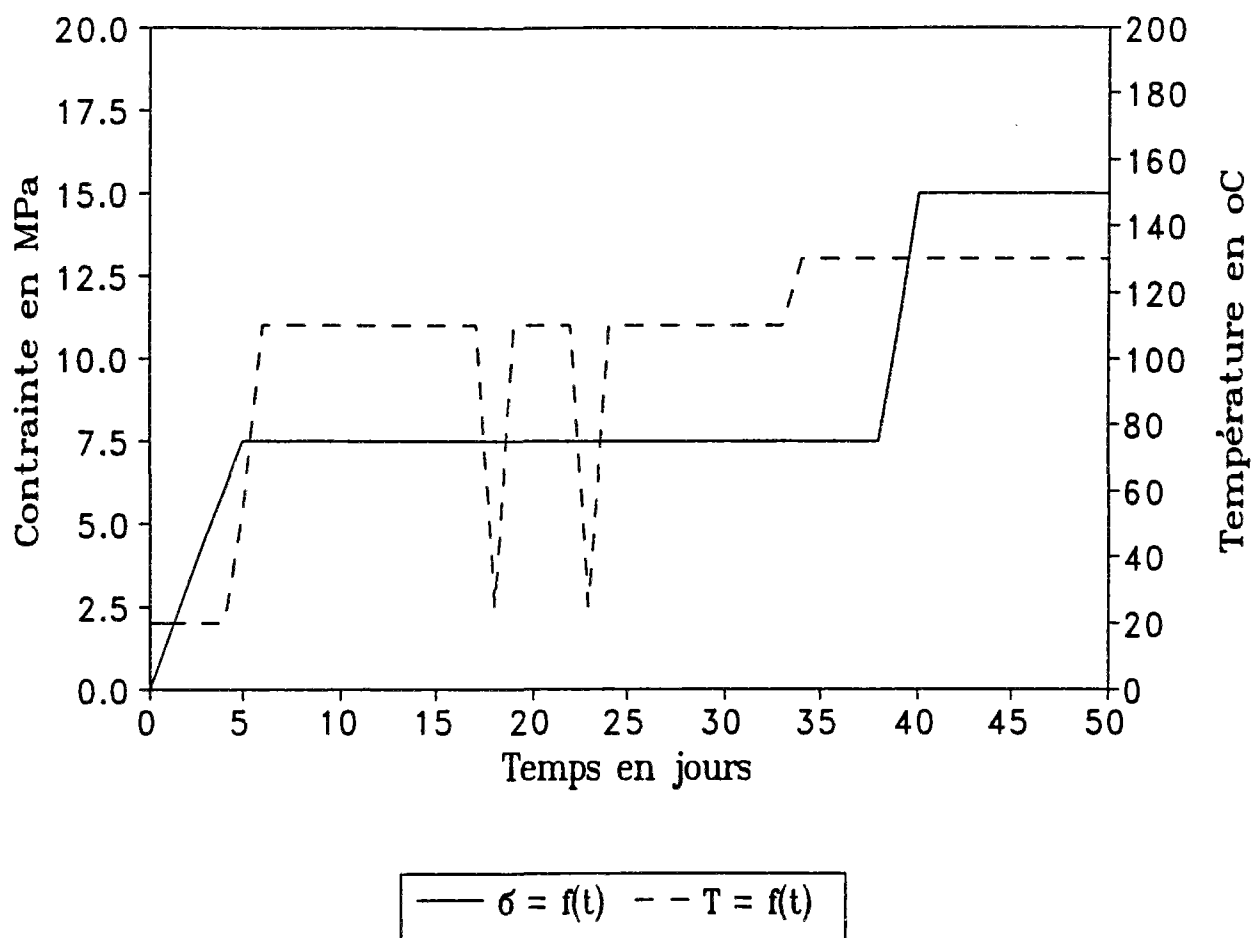


Figure 7.6: Evolution de la température et de la contrainte au cours de l'essai longue durée sur une lame de sel phénoblastique.

#### 7.3.4. Essai de fluage de longue durée sur une lame épaisse de sel phénoblastique avec montée lente en contrainte et en température

##### Introduction

L'essai a été effectué sur une lame épaisse de sel phénoblastique à matrice carbonato-sulfatée à halite d'imprégnation possédant des nodules d'anhydrite.

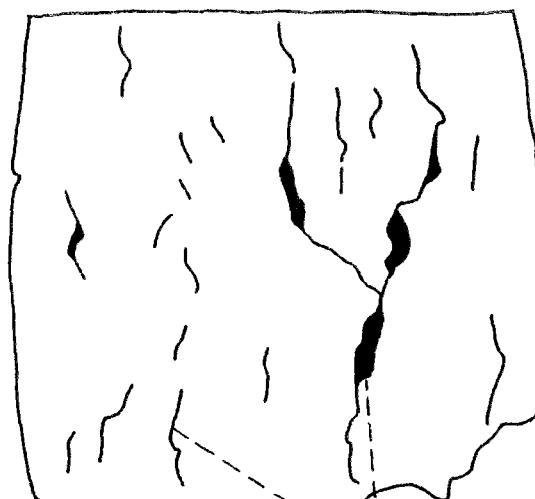
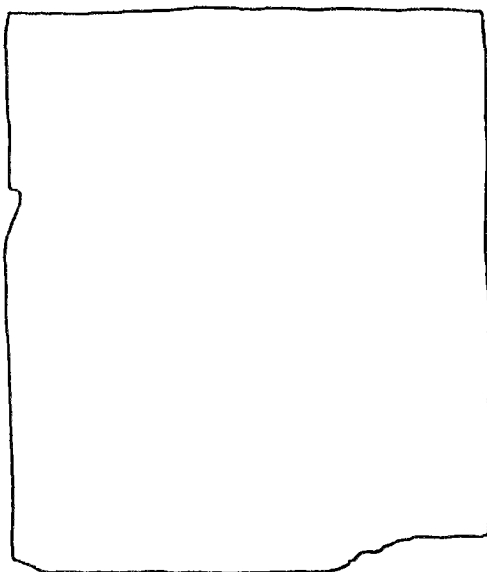
Les conditions de l'essai sont représentées en figure 7.6. La planche 7.6 montre les clichés photographiques de l'état initial et de l'état final; la figure 7.7 représente l'état initial et final ainsi qu'un état intermédiaire. Sur chaque dessin, on a représenté les trois constituants principaux de la surface de la lame : phénoblastes de halite, plages de matrice et nodules d'anhydrite.



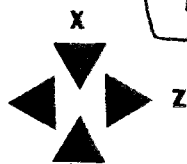
ETAT INITIAL  $t = 0$



ETAT FINAL  $t = 10$  j



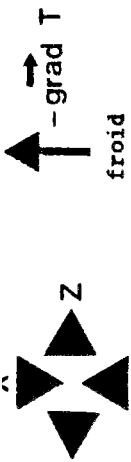
joints de grains ouverts



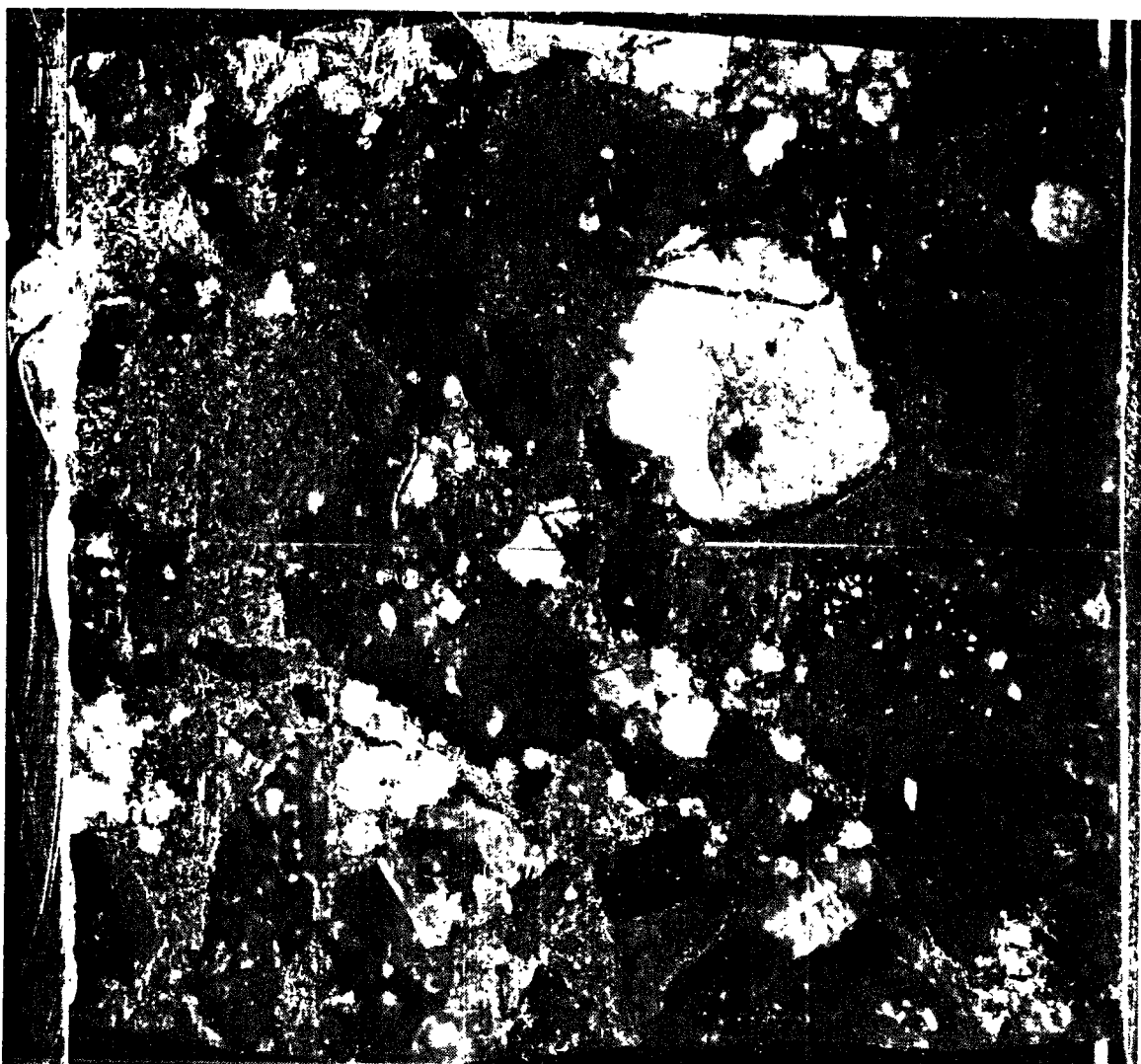
1cm

Température homogène dans la lame

PLANCHE 7.5 - CLICHES PHOTOGRAPHIQUES ET SCHEMAS DE LA SURFACE DE LA LAME EPAISSE DE SEL LAITEUX LORS DE L'ESSAI DE MOYENNE DUREE AVEC MONTEE RAPIDE EN CONTRAINTE ET TEMPERATURE.

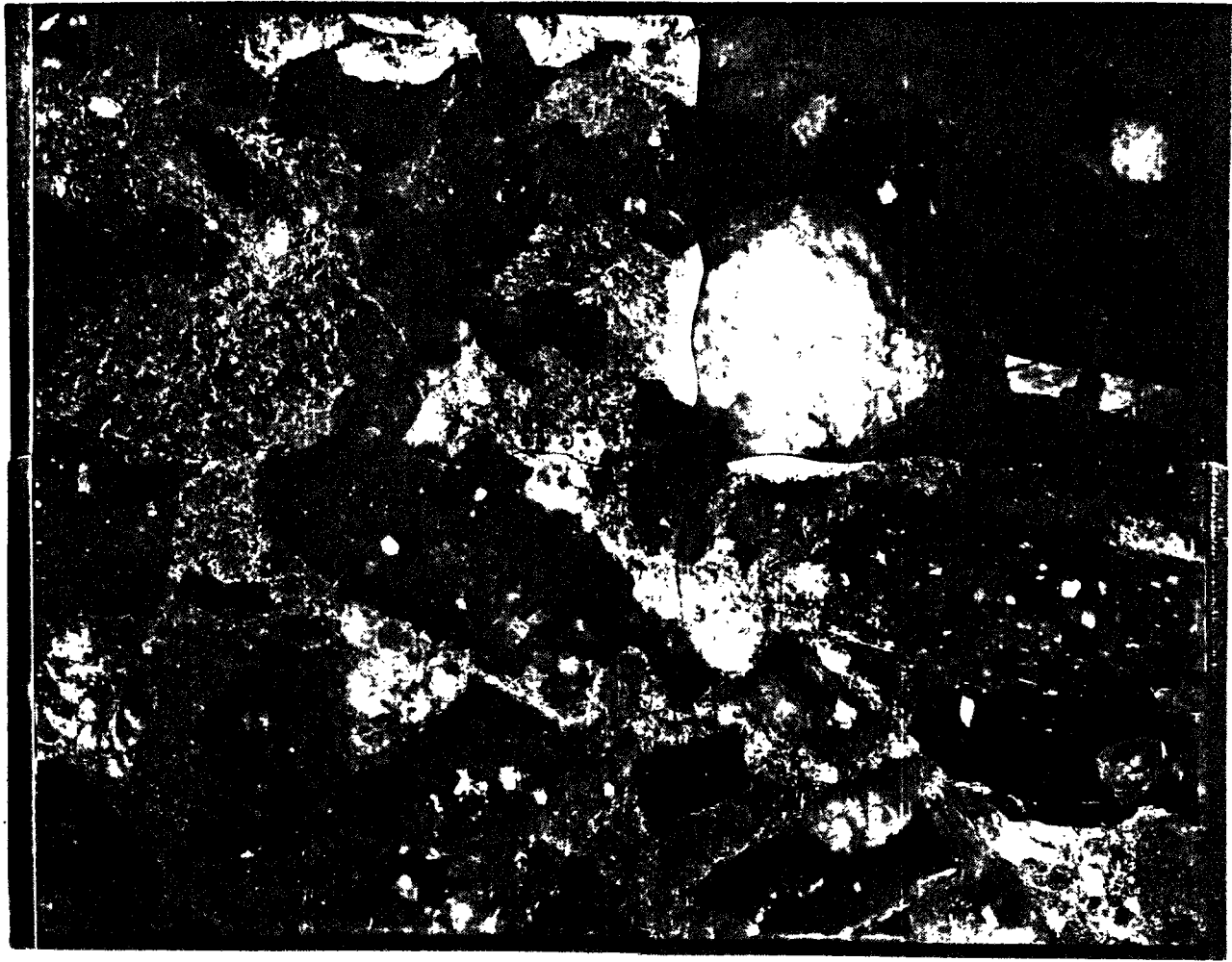

  
 Z
   
 -grad T
   
 froid

état final t = 50j



1 cm

PLANCHE 7.6 - CLICHES PHOTOGRAPHIQUES PRESENTANT L'ETAT INITIAL ET L'ETAT FINAL DE  
 LA LAME DE SEL PHENOBLASTIQUE LORS DE L'ESSAI DE FLUAGE DE LONGUE  
 DUREE A MONTÉE EN CONTRAINTE ET TEMPERATURE LENTE.



Phénoblaste de halite

matrice

clivage

fissure

nodule d'anhydrite

c ETAT FINAL  
t = 50 j

chaud  
↑ - grad T  
froid

b ETAT INTERMEDIARE  
t = 40 j

X Z

1 cm

a ETAT INITIAL  
t = 0

FIGURE 7.7 - SCHEMA DE LA SURFACE DE LA LAME DE SEL PHENOBLASTIQUE LORS DE L'ESSAI DE LONGUE DUREE AVEC MONTÉE LENTE EN CONTRAINTES ET TEMPERATURE.

### Observation de la déformation à l'échelle de la lame

L'essai a duré 45 jours avec une contrainte constante de 7,5 MPa et une température de 110°C durant 35 jours puis une montée à 15 MPa et 130°C. un raccourcissement de 0,5% a été obtenu après 35 jours d'essai et de 12% après 45 jours.

c'est seulement au bout de 25 jours d'essai que deux premières fissures sont apparues à l'interface d'un grand nodule d'anhydrite et d'une plage de matrice (a et b figure 7.7). On a noté également une faible déformation plastique des phénoblastes. Lors de la deuxième montée en contrainte et température, un certain nombre de fissures sous forme de fentes de tension se sont développées dans la matrice entre les petits nodules et aux interfaces nodules-matrice. De plus, de nombreux clivages dans les phénoblastes de halite sont apparus bien que ces grains se soient déformés de façon plastique (moins fortement cependant que dans le cas des grains de halite laiteuse). Il est à noter que les plages de matrice se sont également déformées de façon plastique.

En fin d'essai, les fissures a et b se sont élargies, le grand nodule d'anhydrite s'étant même fracturé. On peut observer une interconnexion entre les clivages et ces fissures.

### Observation de la déformation des minéraux constituant la matrice

En dehors des fentes de tension citées précédemment qui sont visibles à l'échelle de la lame entière, aucune fissure n'affecte la matrice à l'échelle des cristaux, ce qui confirme sa déformation plastique observée précédemment.

Par ailleurs, certains joints de grains de halite parallèles à X se sont ouverts de la même manière que dans le cas du sel laiteux.

### Interprétation

Les fentes de tension observées dans la matrice sont dues à la présence des nodules d'anhydrite qui se comportent comme des mûles résistants dans la lame empêchant la déformation plastique et provoquant des fissurations. Les gros nodules réorientent les contraintes dans la lame et lors de leur fracturation ils provoquent l'ouverture de plans de clivage dans les phénoblastes.

La matrice se déforme plastiquement du fait de la présence d'une forte proportion de halite d'imprégnation. Les minéraux non halitiques associés affectent simplement le taux de plasticité qui est plus réduit que celui des grains de halite pure.

Dans le cas du faciès de sel phénoblastique, la déformation globale est contrôlée à la fois par les mécanismes de déformation plastique des phénoblastes et dans une moindre proportion par ceux qui affectent la matrice ainsi que par les mécanismes de déformation cataclastique. Les fissurations et les clivages pouvant s'interconnecter, la porosité accessible ainsi que la perméabilité de ce type de faciès vont être fortement augmentées.

#### **7.4. INJECTION DE SAUMURE DANS UNE LAME EPAISSE DE SEL LAITEUX EN COURS D'ESSAI SOUS SOLlicitATION MECANIQUE**

##### **7.4.1. Principe de l'injection**

Cette technique a tout d'abord nécessité la préparation d'une saumure sursaturée qui a été obtenue à partir de la dissolution de petits échantillons de sel laiteux et de sel limpide.

Deux millilitres de saumures ont été injectés à l'aide d'une seringue sous l'échantillon (chapitre 3), dans la microcellule étanchéifiée pour la circonstance par des joints en élastomère afin de pouvoir appliquer une légère surpression de saumure. L'échantillon ainsi saturé est mis sous contrainte avec une montée rapide jusqu'à 7,5 MPa. De nouvelles injections de 0.5 ml toutes les 24 heures ont été effectuées afin de maintenir la saumure autour de l'échantillon pour compenser d'éventuelles fuites par évaporation.

##### **7.4.2. Essais effectués**

Un essai de moyenne durée avec une montée rapide à 7,5 MPa a été réalisé sur une lame épaisse de sel laiteux. Après dix jours, la rupture de l'échantillon s'est produite (planche 7.7)

Un deuxième essai avec une montée rapide à 5 MPa a été réalisé sur une lame épaisse de sel laiteux déjà déformée par fissuration auparavant. Après deux jours d'essai, la rupture de l'échantillon s'est également produite.

##### **7.4.3. Observation en continu de la déformation de la lame au microscope optique**

###### **Observation des joints de grain lors du 1<sup>er</sup> essai**

Des joints de grains repères ont été sélectionnés au préalable dans la lame épaisse. Lors de l'injection sous pression, une grande partie de ces joints se sont remplis. On observe ensuite que dès la mise en contrainte de la lame, les saumures restent immobiles.

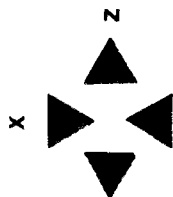
Après dix jours d'essai, aucune évolution dans les contours des joints de grains n'est apparue. Par contre, les surfaces des joints se sont modifiées lors des réinjections. On a pu observer des crénelures (cliché a, planche 7.8) correspondant à des réactions à l'interface saumure-halite. La rupture de l'échantillon a été brutale par écrasement sous le piston.

###### **Observation des fissures préexistantes lors du 2<sup>ème</sup> essai**

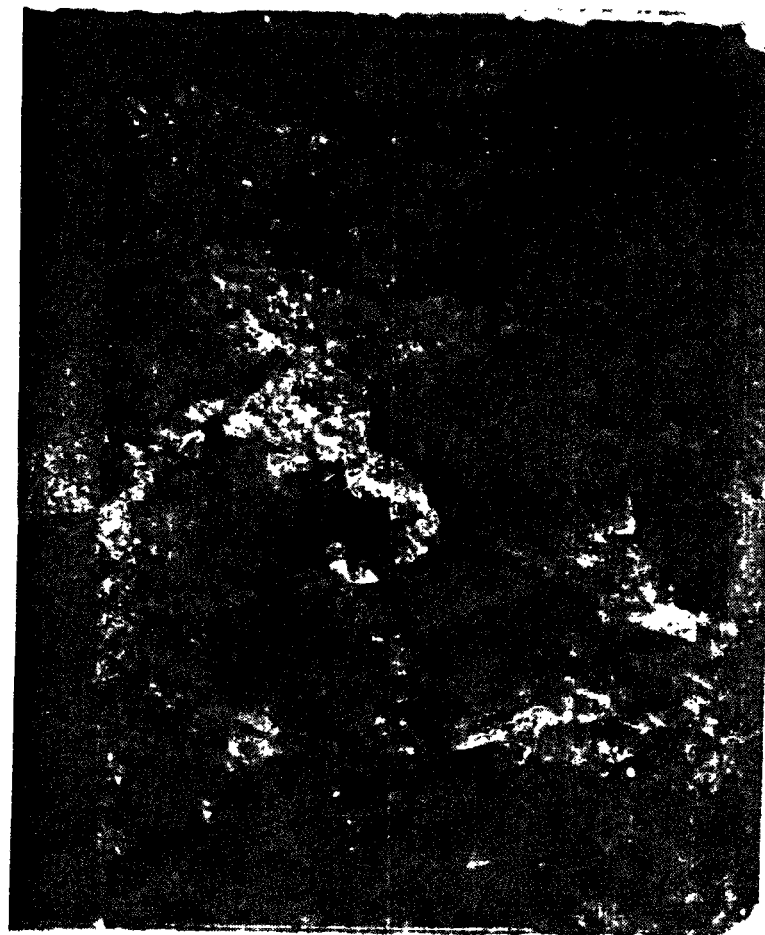
Lors de son injection, une circulation de la saumure dans les fissures préexistantes a été observée. Cette circulation laminaire a évolué en circulation turbulente après la mise en contrainte de la lame. Assez rapidement, une corrosion des surfaces anguleuses des joints ouverts, est apparue les rendant plus lisses. Ces joints se sont agrandis et arrondis (cliché b, planche 7.8).



ETAT INITIAL  $t = 0$



1 cm



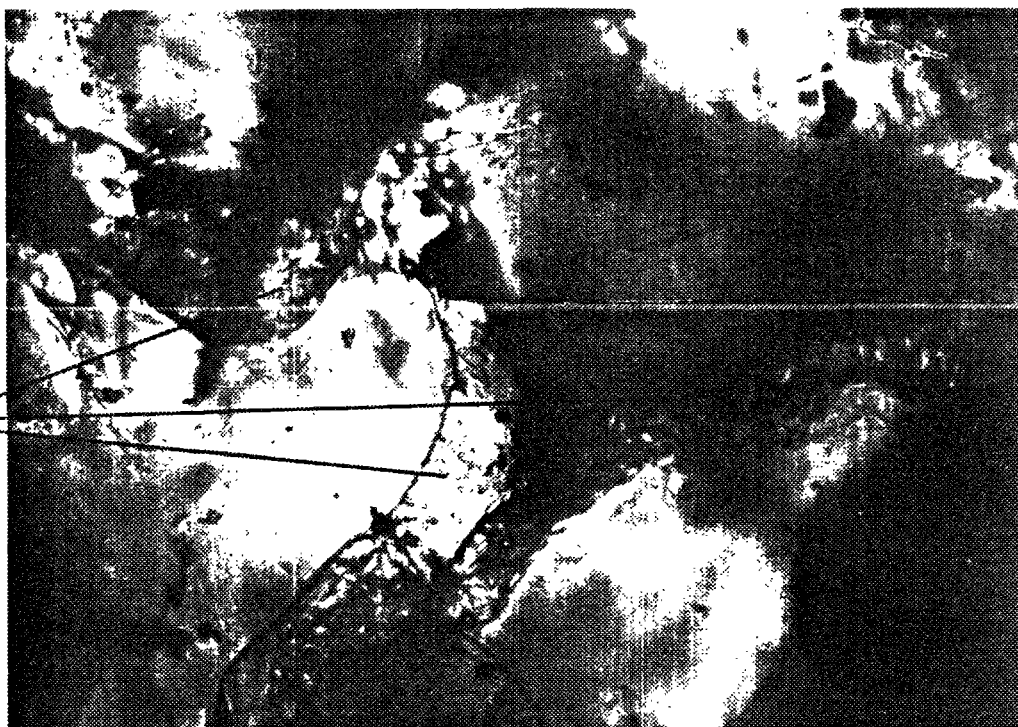
ETAT FINAL

$t = 10 j$

PLANCHE 7.7 - CLICHES PHOTOGRAPHIQUES PRESENTANT L'ETAT INITIAL ET L'ETAT FINAL DE LA LAME DE SEL LAITEUX LORS D'UN ESSAI DE FLUAGE AVEC INJECTION DE SAUMURE.



CRENELURES



1mm

cliché a



100  $\mu$ m

cliché b

FISSURE  
remplie de saumures

PLANCHE 7.8 - CLICHES PHOTOGRAPHIQUES PRESENTANT L'ETAT DES JOINTS DE GRAINS ET D'UNE FISSURE REMPLIS DE SAUMURE.

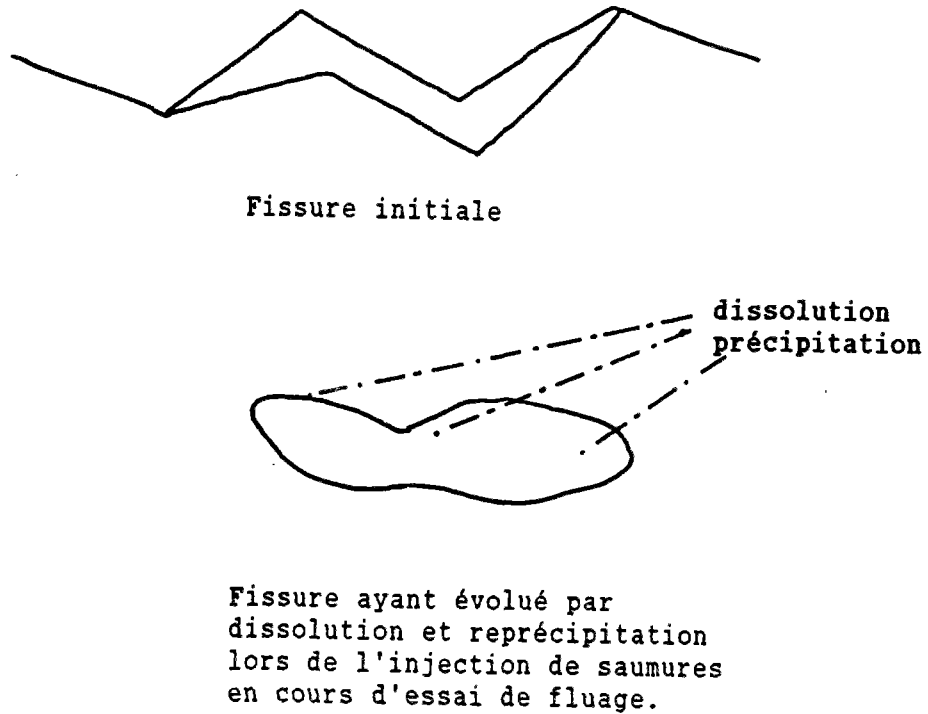
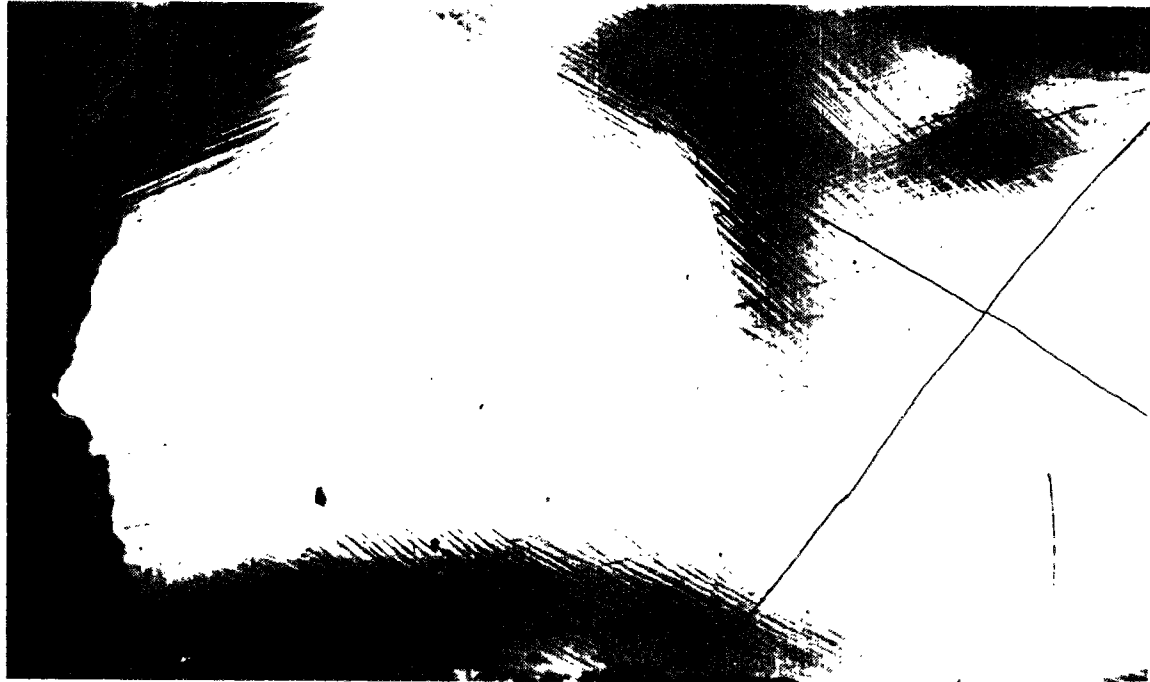


Figure 7.8: Interprétation de l'évolution de la fissure lors de l'injection de la saumure lors de l'essai de fluage sur une lame de sel laiteux.

#### 7.4.4. Interprétation

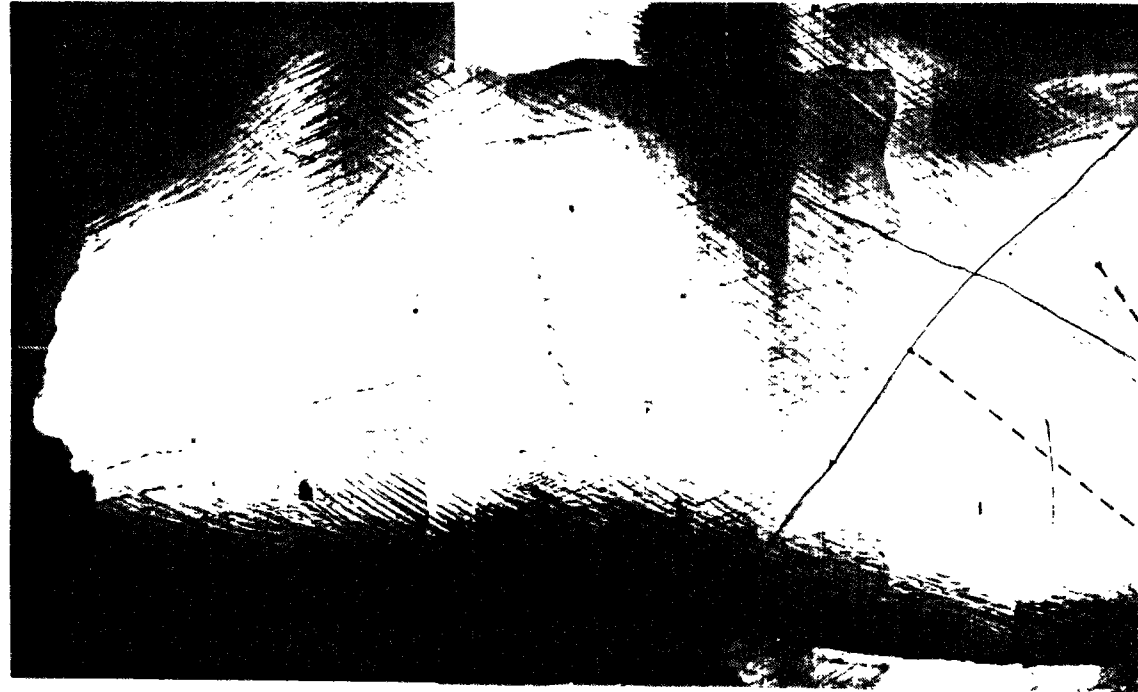
La pénétration de la saumure dans les joints de grains fermés ou ouverts et sa mise sous pression provoque un déséquilibre de la structure du joint qui peut modifier son comportement mécanique et amener l'échantillon vers la rupture.

Bien que la saumure soit saturée, des dissolutions sont apparues. Les processus de dissolution-cristallisation à travers une saumure immobile sont trop lents pour être observés lors de l'essai, c'est donc probablement des circulations lentes des saumures lors des réinjections qui ont permis la dissolution des joints. La crénulation est le résultat de l'interaction entre la dissolution progressive et la déformation plastique de la halite. Cette dissolution, qui s'est accentuée tout au long de l'essai, a contribué à faciliter la lubrification des grains ce qui a facilité la rupture de l'échantillon. Dans le 2<sup>ème</sup> essai, pour les joints ouverts, des dissolutions par circulation rapide de la saumure se sont produites sur les deux surfaces opposées et ont créé une surface arrondie aux deux extrémités de la fissure (figure 7.8). Ces dissolutions ont fortement accentué la vitesse de déformation des joints ouverts en augmentant la fragilité de l'échantillon facilitant sa rupture.



STADE 1

$t = 10 \text{ j}$



Z

marqueur passif

STADE 2

$t = 40 \text{ j}$

bandes de glissements



STADE 3

$t = 60 \text{ j}$

100  $\mu\text{m}$

## **7.5. OBSERVATION EN CONTINU AU MICROSCOPE DES MECANISMES DE DEFORMATION PLASTIQUE DES GRAINS DE HALITE**

### **7.5.1. Introduction**

Au cours des essais détaillés précédemment, de nombreuses observations sur la déformation plastique des grains de halite ont été réalisées. Bien que ce ne soit pas le but de l'étude, un résumé des observations et des interprétations a été effectué car il est nécessaire de bien connaître ces mécanismes de déformation plastique pour comprendre leur interaction avec les saumures.

Le suivi de la déformation d'un grain de halite au cours de l'essai de longue durée sur une lame de sel laiteux a été pris en exemple. Quelques clichés montrent les particularités de cette déformation.

### **7.5.2. Observation en continu de la déformation plastique d'un grain de halite**

Les clichés représentant les stades de déformation successifs sont regroupés sur la planche 7.9.

Dans le stade 1, cliché a des bandes de glissements plans non orthogonales sont matérialisées par des lignes. Elles correspondent vraisemblablement aux plans conjugués (110) du grain mais déjà déformés. Elles apparaissent sans se superposer dans certains secteurs du grain.

Lors du stade 2 cliché b, la densité des bandes de glissements plans augmente, les deux directions se superposent. Dans les coins du grain ces bandes évoluent en glissements croisés.

L'augmentation de la contrainte et de la température (stade 3 cliché c) provoque une forte augmentation de la densité des bandes de glissements plans qui évoluent de plus en plus vers des bandes de glissements croisés.

On peut noter l'évolution dans les trois stades des rayures de polissage en croix qui peuvent servir de marqueurs passifs. Elle indique le sens des déplacements de matière qui s'effectuent selon X et Z.

### **7.5.3. Observation au microscope des bandes de glissements plans ou croisés**

Les clichés représentatifs sont montrés en planches 7.10 et 7.11. Certains d'entre eux montrent qu'il y a en fait deux directions non conjuguées, de bandes de glissements plans qui peuvent apparaître superposées (cliché a,b,c,d,e,f planche 7.10). Les bandes de glissements croisés apparaissent dans les coins des grains et peuvent soit se surimposer aux bandes de glissements plans, soit ne pas interférer avec elles (clichés b,e,f planche 7.10 et clichés c planche 7.11). Les observations au M.E.B. montrent qu'à l'échelle micrométrique, ces glissements croisés semblent se chevaucher. Ce sont en fait des bandes de recouvrement de matière (clichés g,h planche 7.11).

**Planche 7.10:** Observation au microscope en lumière réfléchie des bandes de glissements plans et croisés apparues sur la surface des grains de la lame épaisse de sel laiteux lors de l'essai de fluage.

Clichés a - Bandes de glissements plans (A) et bandes de glissements croisés (B).

Clichés b - Grande densité de bandes de glissements plans selon deux directions avec évolution en bandes de glissements croisés.

Clichés c,d,e - Bandes de glissements plans (110) et bandes de glissements plans dues aux dislocations vis.

Clichés f,g - Bandes de glissements plans (110) et bandes de glissement plans dues aux dislocations vis évoluant en bandes de glissements croisés.

Clichés h - Détail de l'évolution en bandes de glissements croisés.



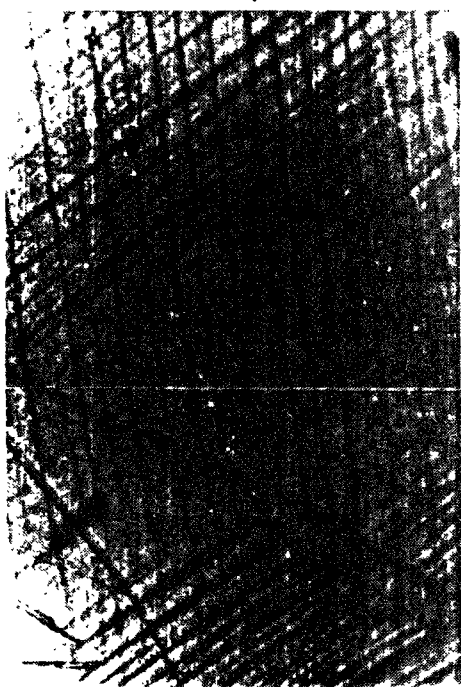
cliché a ——— 1 mm



cliché b ——— 1 mm



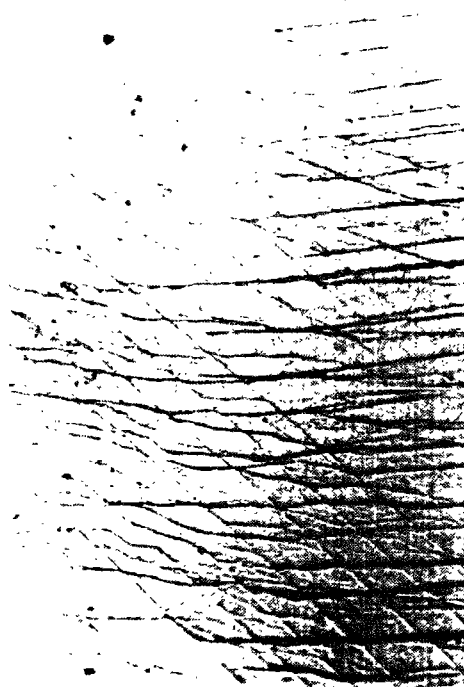
cliché c ——— 100 μm



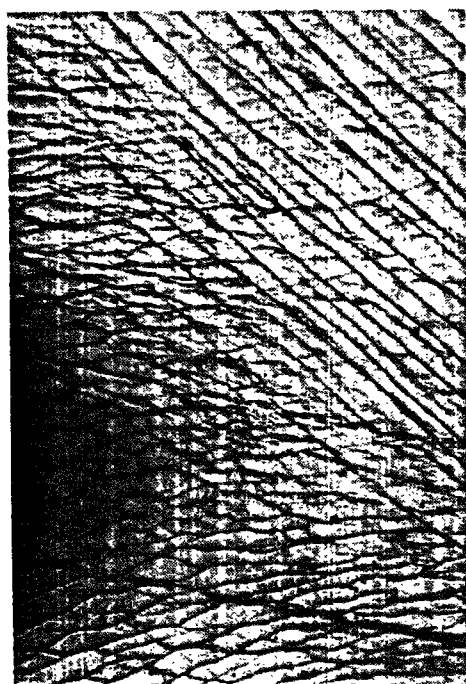
cliché d ——— 100 μm



cliché e ——— 100 μm



cliché f ——— 100 μm



cliché g ——— 100 μm



cliché h ——— 50 μm

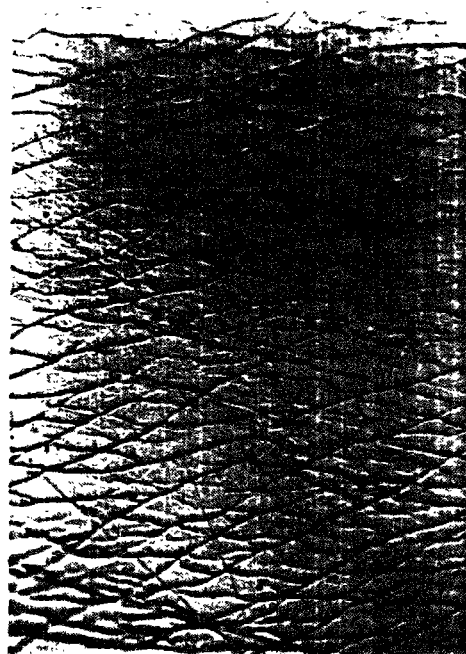
**Planche 7.11:** Observation au microscope en lumière réfléchie des bandes de glissements plans et croisés apparues sur la surface des grains de la lame épaisse de sel laiteux lors de l'essai de fluage.

Clichés a,b,c - Bandes de glissements croisés.

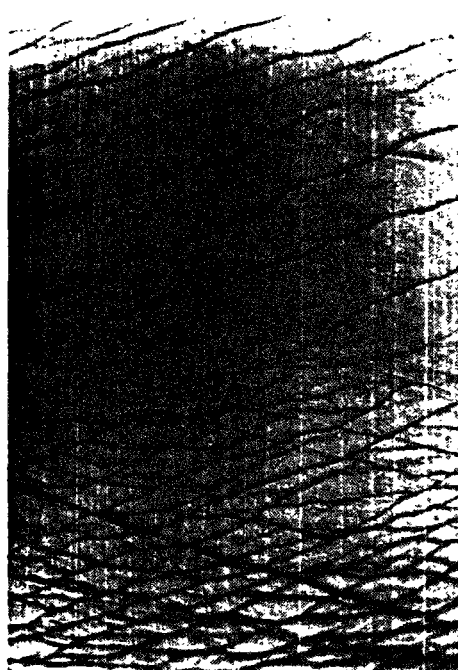
Clichés d,e - Faible désorientation entre deux sous-grains A et B, visible lors de la variation de mise au point du microscope.

Cliché f - Forte densité des bandes de glissements croisés à l'extrémité d'un joint (zone de concentration des contraintes).

Clichés g,h - Bandes de glissements croisés observées au M.E.B. montrant le recouvrement de la matière.



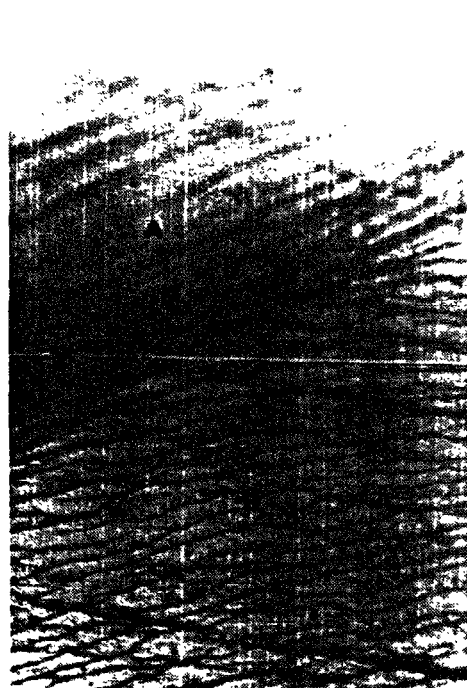
cliché a — 100  $\mu$ m



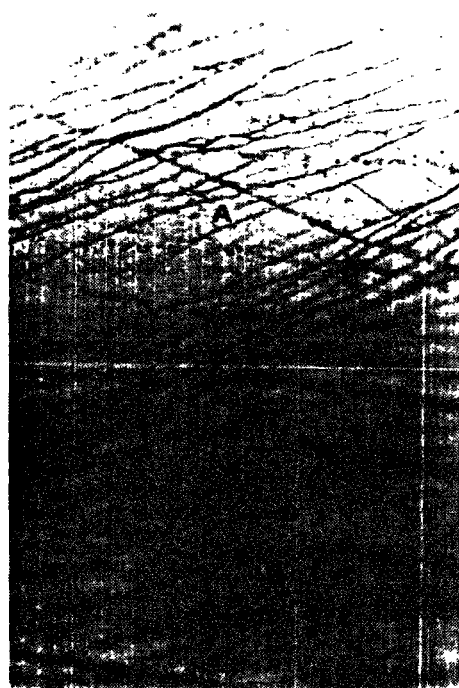
cliché b — 100  $\mu$ m



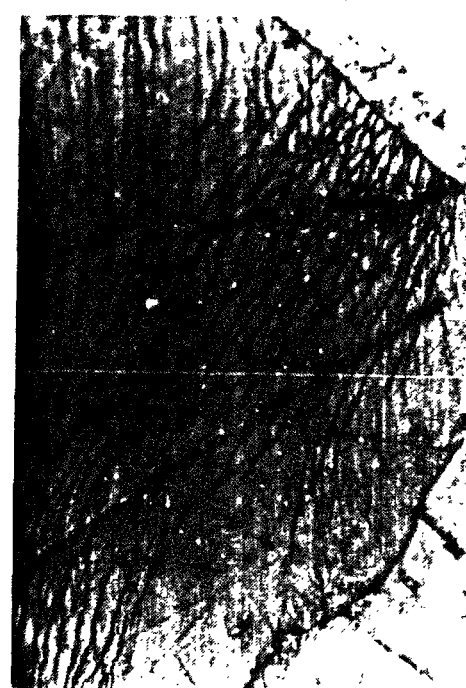
cliché c — 100  $\mu$ m



cliché d — 100  $\mu$ m



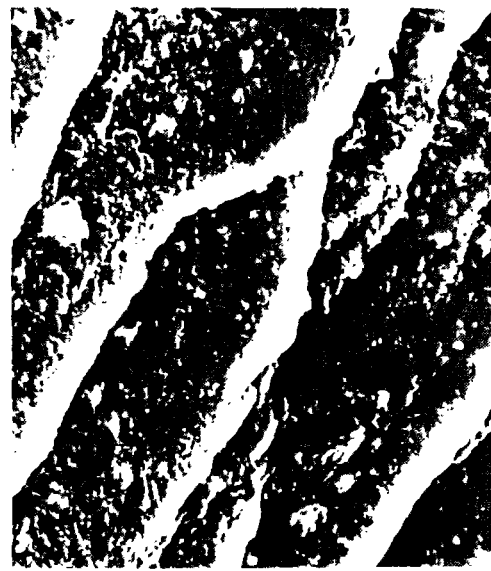
cliché e — 100  $\mu$ m



cliché f — 100  $\mu$ m



cliché g — 50  $\mu$ m



cliché h — 10  $\mu$ m



Les surfaces des grains où se développent ces bandes de glissements ne sont pas régulières et comportent des zones faiblement désorientées de quelques fractions de degrés par rapport à la surface initialement plane (clichés d,e planche 7.11). C'est un début de formation de sous-structures de polygonisation.

Les glissements plans (110) apparaissent lorsque les plans (100) sont orientés selon la direction de contrainte. Au contraire, les glissements croisés apparaissent lorsque les plans de glissements (110) ne sont pas orientés selon X, il y a glissement et recouvrement de matière.

#### 7.5.4. Interprétations

Les glissements croisés deviennent prépondérants à plus haute température et apparaissent également dans des zones charnières entre les grains où se concentrent les contraintes.

La déformation plastique d'un grain de halite en laboratoire à l'échelle micrométrique est essentiellement dû à des glissements intracristallins et des recouvrements de matière qui se répartissent dans le temps et dans l'espace de façon irrégulière du fait de la géométrie des grains.

#### 7.6. CONCLUSION

Les essais effectués ont donné des résultats significatifs et leur multiplication permettra vraisemblablement de cerner plus précisément les conditions de contrainte et de température d'apparition et d'évolution de la déformation cataclastique des différents faciès.

On a déjà pu mettre en évidence deux points importants à l'aide des quelques essais effectués :

- la déformation cataclastique n'apparaît prépondérante, au cours du fluage des faciès de sel laiteux, que pour de très grandes vitesses de déformation. Dans certains cas les fissures peuvent se refermer. Par contre, pour les faciès dont la texture est hétérogène notamment le faciès de sel phénoblastique, cette déformation cataclastique contrôle la déformation même lors de faibles vitesses. De plus dans ce cas, les fissures ne se referment pas et ceci provoque une forte augmentation de la porosité accessible;

- la circulation de saumures dans les joints ou dans les fissures des roches halitiques peuvent dans un champs de contraintes déviatorique provoquer rapidement la rupture pour des contraintes inférieures au seuil de rupture des roches "sèches".

## - CHAPITRE 8 -

### APPROCHE EXPERIMENTALE DU COMPORTEMENT EN MICROCELLULE DE FLUAGE DES INCLUSIONS FLUIDES DES ROCHES HALITQUES DE LA BRESSE LORS DE SOLLICITATIONS MECANQUES ET THERMIQUES

#### 8.1. INTRODUCTION

Le travail expérimental exposé dans ce chapitre ne peut en aucun cas constituer une étude analytique et quantitative exhaustive du comportement de chaque type d'inclusions fluides. Ceci aurait nécessité d'importants moyens d'analyses géochimiques et d'importants moyens expérimentaux. Notre objectif a plutôt été d'observer le comportement global et individuel des inclusions fluides dans leur contexte pétrographique et textural à partir d'essais mécaniques et thermiques sur les lames épaisses en utilisant la microcellule de fluage mise au point au C.G.I. et décrite précédemment.

Le but est d'essayer d'affiner la compréhension du rôle que peuvent avoir les inclusions fluides d'une part dans le cas de sollicitations thermiques et mécaniques provoquées artificiellement dans un massif et d'autre part dans les conditions naturelles de contraintes et températures régnant dans les formations salifères.

#### 8.2. OBSERVATION DU COMPORTEMENT DES INCLUSIONS FLUIDES INTRACRISTALLINES LORS DE SOLLICITATIONS MECANQUES ET THERMIQUES

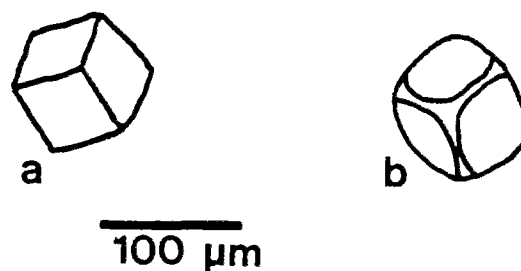
##### 8.2.1. Etat d'équilibre thermodynamique des inclusions

##### Système halite-saumure

L'étude du comportement d'une inclusion fluide dans la halite correspond d'un point de vue thermodynamique à l'étude d'un système complexe :

Réseau cristallin NaCl C.F.C défauts et impuretés ioniques	halite possédant un potentiel chimique $\mu_h$	système
Solution de H <sub>2</sub> O saturée en ions Na <sup>+</sup> , Cl <sup>-</sup> , Ca <sup>2+</sup> , Mg <sup>2+</sup> , K <sup>+</sup>	saumure possédant un potentiel chimique $\mu_s$	halite -- saumure

L'état d'équilibre de ce système est contrôlé par les variables température, pression externe et pression de fluide. Toute rupture de l'équilibre va se manifester à l'intérieur des inclusions fluides mais aussi et surtout à l'interface entre la saumure et le cristal de halite c'est à dire

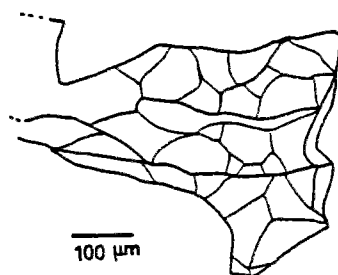


**Figure 8.1:** Inclusion fluide en cristal négatif parfait (a) ou arrondie (b)

aux parois de la cavité, ceci constitue l'amorce d'un processus de dissolution-cristallisation. Un tel processus peut apparaître au cours d'essais en laboratoire du fait de la forte solubilité de la halite.

Dans un état d'équilibre parfait une inclusion présente une forme de cavité qui minimise l'énergie de surface. Elle correspond dans le cas du système théorique  $\text{NaCl-H}_2\text{O}$ , aux faces cristallines (100), la cavité se présente alors sous forme d'un "cristal négatif" cubique.

Les inclusions fluides de la halite de la Bresse déjà décrites précédemment ont montré la plupart du temps des morphologies proches du cristal négatif, notamment pour celles qui ont une taille inférieure à 100  $\mu\text{m}$ . Dans le cas de certains groupements d'inclusions (chevrons, cornets ou trémies) les cavités possèdent des faces planes et des arêtes anguleuses tandis que d'autres groupements présentent des cavités à faces bombées et à arêtes et sommets émoussés (figure 8.1). D'autre part, de nombreuses inclusions de grande taille (supérieure à 100  $\mu\text{m}$ ) présentent soit des formes complexes n'ayant aucun rapport avec des formes cristallines de la halite, soit des formes plus géométriques mais éloignées du cube (figure 8.2).



**Figure 8.2:** Inclusion fluide de grande taille à morphologie complexe

Cette diversité de formes des inclusions fluides peut s'expliquer, à l'aide de la thermostatique des équilibres liquide-solide, comme témoignant de composition chimique différente pour chaque type d'inclusion ce qui prouve la complexité thermodynamique d'un système qui est assez éloigné du système théorique  $\text{NaCl-H}_2\text{O}$  comme nous l'avons noté au chapitre 4. Les ions présents dans la saumure peuvent être piégés par adsorption sélective en certains sites des parois de la cavité et ainsi inhiber ou au contraire favoriser la croissance de certains plans cristallins par rapport à d'autres.

Ceci conduit à l'équilibre, pour des saumures de composition différentes et des cristaux de halite à densité de défauts variables, et à des formes de cavités différentes.

### Analyse des températures d'homogénéisations, importance de la plasticité du réseau cristallin

La température d'homogénéisation ( $T_h$ ) d'une inclusion fluide est une température limite au dessus de laquelle elle ne présente qu'une seule phase liquide (jusqu'à la température de vaporisation) ce qui fait augmenter la pression interne. En dessous de cette température limite, il y a apparition d'une bulle dite de retrait. Si le volume de la cavité reste constant, lorsque la température augmente à nouveau au dessus de cette température limite, la bulle disparaît.

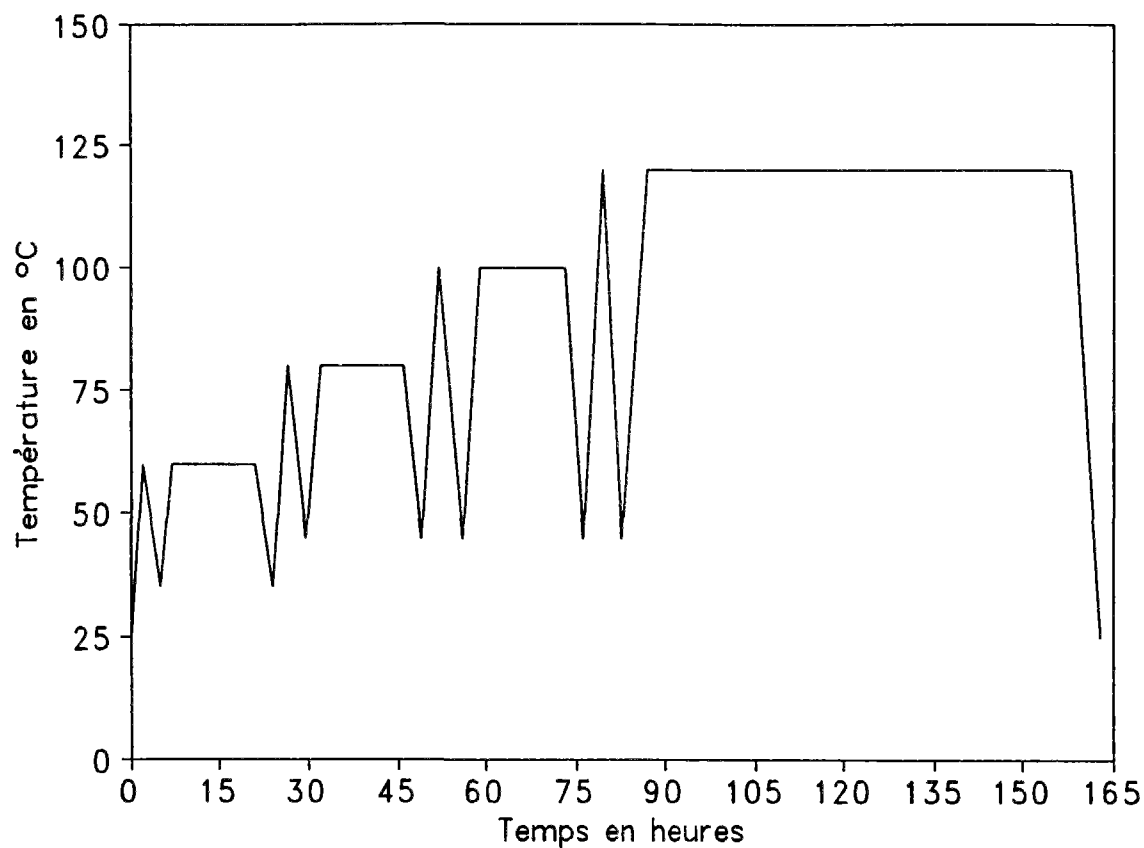
Cette température d'homogénéisation qui en théorie correspond à l'état d'équilibre initial de l'inclusion, est couramment utilisée pour déterminer les conditions de formation des minéraux hôtes.

Pour les inclusions fluides de la halite de la Bresse, plusieurs essais de sollicitations thermiques ont été effectués à l'aide de la microcellule sur des lames épaisses des différents faciès. Des cycles de variation de la température avec maintien de paliers avant la descente, ont été réalisés (un exemple de déroulement d'essai, est donné en figure 8.3a). La mesure des températures d'homogénéisation n'est pas aussi rigoureuse qu'avec une platine chauffante plus spécialisée dans ce type de mesures mais elle permet d'obtenir des résultats significatifs (figure 8.3b).

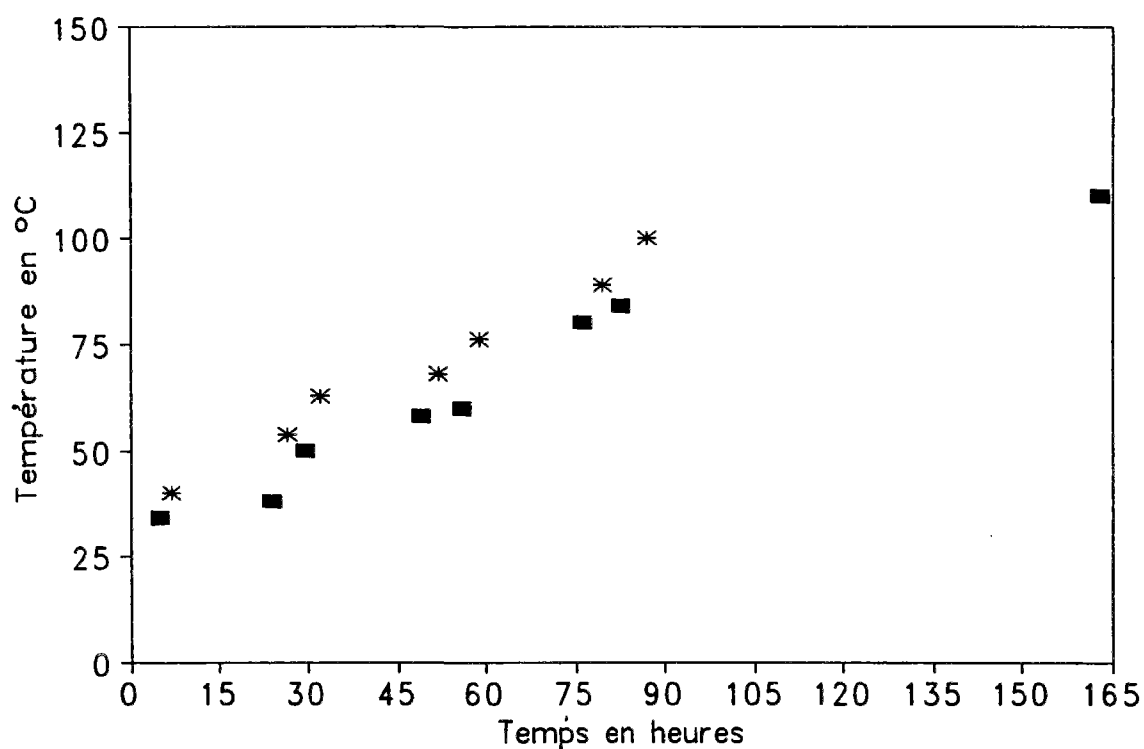
Avant la montée en température, la plupart des inclusions ne possèdent pas de bulles de retrait, à certaines exceptions près qui sont à mettre vraisemblablement sur le compte de l'échauffement accidentel de la lame lors de sa confection. Les températures d'homogénéisation mesurées lors du premier cycle sont de l'ordre de 35 à 40°C. Lors des cycles suivants, elles ne sont pas constantes, la température d'homogénéisation augmente après chaque palier. Ceci illustre un phénomène important, les variations de température d'homogénéisation sont dues à une augmentation du volume des inclusions lors de l'augmentation de la température. A chaque température maximale atteinte, l'augmentation du volume est d'autant plus grande que le palier est long. Deux processus sont à l'origine de cette augmentation du volume :

- la solubilité de la halite augmente avec la température (figure 8.4) et modifie l'équilibre chimique du système halite-saumure (dissolution et cristallisation aux parois lors de l'augmentation et lors de la diminution de la température). L'augmentation de volume est réversible mais les recristallisations étant irrégulières, l'inclusion ne revient jamais totalement à sa taille initiale;

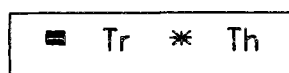
- lorsque la température d'homogénéisation est dépassée, la pression interne de l'inclusion augmente rapidement avec la température, elle engendre une augmentation du volume de la cavité par déformation plastique du réseau cristallin de la halite autour de la cavité, cette augmentation du volume est irréversible lors de la baisse de la température.



A



B



Th : TEMPERATURE D'HOMOGENEISATION  
Tr : TEMPERATURE DE RETRAIT

FIGURE 8.3 - CONDITION DE DEROULEMENT DES ESSAIS THERMIQUES ET EXEMPLE D'EVOLUTION DES TEMPERATURES D'HOMOGENEISATION ET DE RETRAIT DE CERTAINES INCLUSIONS FLUIDES.

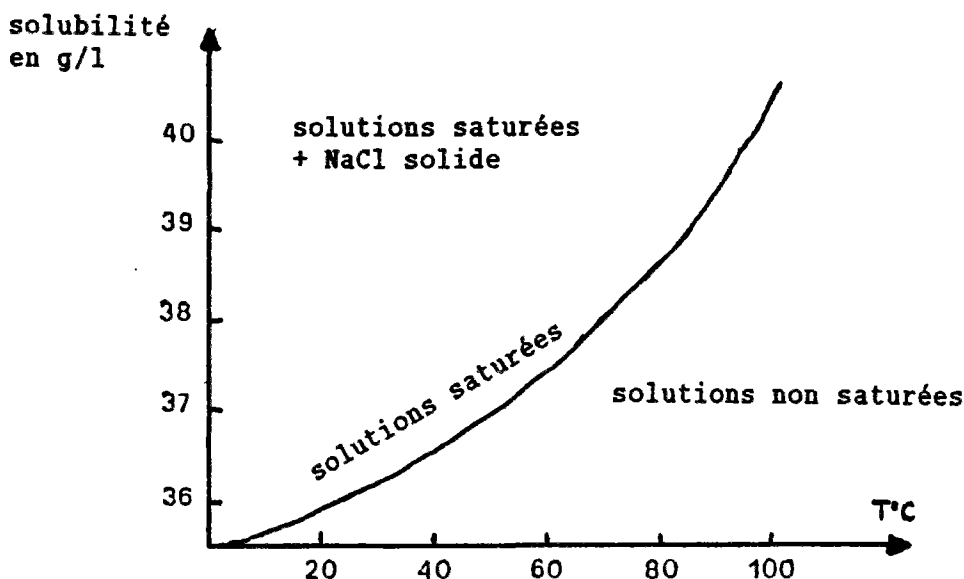


Figure 8.4: Solubilité de la halite en fonction de la température

#### 8.2.2. Observation du comportement des inclusions fluides lors de l'augmentation progressive de la contrainte et de la température

##### Introduction

Des essais de courte et moyenne durée ont été effectués à l'aide de la microcellule afin d'observer le comportement des parois des différentes inclusions fluides :

- essais avec montée progressive de la température jusqu'à 200°C à l'aide d'une étuve (3 jours);
- essais avec montée progressive de la contrainte jusqu'à 20 MPa (une semaine);
- essais avec montée progressive simultanée de la contrainte jusqu'à 15 MPa et de la température jusqu'à 120°C (10 jours).

##### Observations effectuées lors de l'augmentation progressive de la température (planche 8.1)

Au début de la période d'augmentation de la température, on observe un lissage des faces et une tendance à l'arrondissement de toutes les inclusions avec augmentation du volume (clichés b, planche 8.1), puis une crénulation apparaît (clichés c,d planche 8.1). Lorsque l'on observe au microscope électronique à balayage les parois d'une inclusion chauffée progressivement jusqu'à 200°C puis refroidie, on distingue une crénulation suivant des plans principaux du réseau cristallin de la halite ainsi que des cristallites cubiques orientées aléatoirement et fichées dans la paroi (clichés e,f planche 8.1.). Ces cristaux correspondent à des précipitations aux interfaces liquide-solide lors du refroidissement des inclusions.



### Observations effectués lors de la variation progressive de la contrainte (planche 8.2)

Au début de la phase d'augmentation de la contrainte, on observe toujours très rapidement une évolution des inclusions initialement arrondies et émoussées vers une forme cubique ou géométrique à faces planes et arêtes anguleuses (clichés g,h planche 8.3 et clichés a,b,c planche 8.10), puis une crénulation en marches d'escalier, différente de celle du cas précédent apparaît avec une diminution du volume initial (cliché a et schéma c, planche 8.2). Lorsque la contrainte augmente ou se maintient, un aplatisement des bordures de la cavité de l'inclusion selon le plan XZ se produit (cliché b et schéma d planche 8.2).

### Interprétations

Dans les deux cas précédemment exposés, les phénomènes de rééquilibrage thermodynamique des inclusions fluides se produisent dès le début de la sollicitation. Ces phénomènes sont liés à la variation de pression interne de l'inclusion et à l'évolution de la température qui influence la solubilité de la halite.

Lorsque la température augmente, ou lorsque la contrainte diminue, la pression interne des inclusions augmente relativement et l'équilibre chimique devient instable. Pour atteindre un nouvel état d'équilibre, la cavité doit accroître son énergie de surface. Dans le cas de l'élévation de la température, l'augmentation de la solubilité provoque un rapide rééquilibrage par arrondissement des angles par dissolution des faces vraisemblablement car on observe apparemment une augmentation du volume. Dans le cas de la diminution de contrainte, le rééquilibrage est plus lent et ne se voit pas à l'échelle de la durée des essais, par contre, la forme arrondie des inclusions fluides dans les échantillons avant l'essai (figure 8.1) provient d'un rééquilibrage lent après la décompression ayant suivi la remontée des carottes après forage. En Bresse à 800 mètres de profondeur, les inclusions fluides supportent une contrainte hydrostatique de l'ordre de 35 MPa (Fine et al 1985) la température est quant à elle de l'ordre de 35 à 45°C (Moge, Pagel communication orale) ce qui est en accord avec les mesures de températures d'homogénéisation effectuées lors du paragraphe précédent.

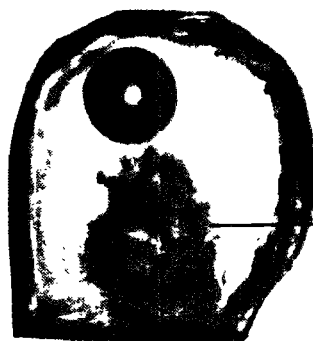
Lorsque la contrainte augmente (ou lorsque la température diminue), la pression interne des inclusions fluides diminue. Dans le cas d'une augmentation de la contrainte, les inclusions arrondies se rééquilibrent en faisant apparaître des faces planes et des arêtes anguleuses pour minimiser l'énergie. Elles semblent diminuer de volume. Ces rééquilibrages, comme dans le cas précédent se font par transfert de matière par diffusion à travers la saumure. La diminution de la température provoque un rééquilibrage irrégulier par précipitation aux parois du fait de la diminution de la solubilité.



Clichés photographiques au microscope optique montrant les morphologies successives prises par une inclusion fluide lors de l'élévation de la température (clichés pris après refroidissement).



cliché a  
t=0 T = ambiante



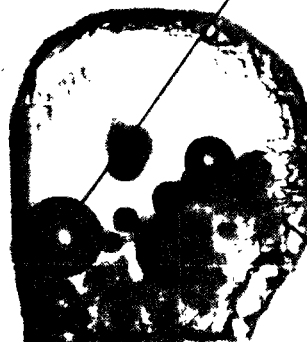
cliché b  
t=1j T=100°C

inclusions solides

bulle de retrait

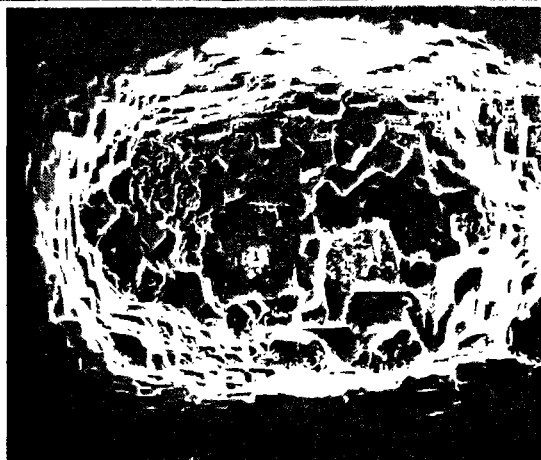


cliché c  
t=2j T=200°C



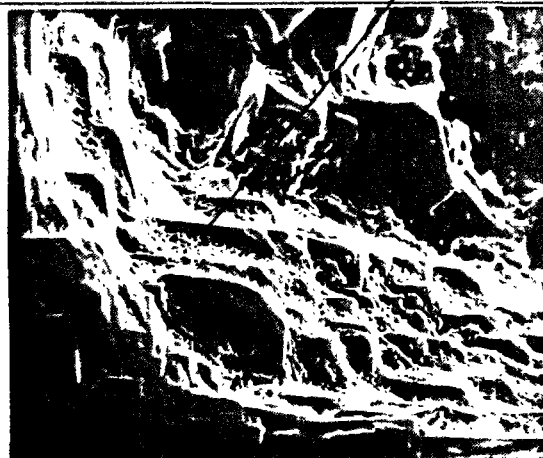
cliché d  
t=3j T=200°C

crénulation



cliché e

1mm



cliché f

100 μm

Aspect de la surface de la cavité d'une inclusion fluide observée au M.E.B. après un essai thermique (200°C).

Lorsque la contrainte ou la température devient élevée ou si elle se maintient assez longtemps, la plasticité de la halite autour de l'inclusion intervient. L'interaction entre les phénomènes de rééquilibrage thermodynamique et la déformation plastique de la halite sont à l'origine de la crénulation observée sur les parois. Lors de l'augmentation de la température, la pression interne qui augmente tend à repousser les parois de la cavité vers l'extérieur faisant augmenter le volume de l'inclusion. Par contre, l'augmentation de la contrainte externe est à l'origine d'une déformation plastique des parois de la cavité ce qui a pour conséquence une diminution du volume. L'aplatissement suivant le plan XZ est du à la forte contrainte qui se développe dans la lame épaisse selon la direction de déformation empêchée (Y).

#### Observations effectuées lors de l'augmentation progressive simultanée de la contrainte et de la température

Dans ce cas, on observe une combinaison des phénomènes détaillés précédemment. Une amplification de la crénulation est nettement visible (clichés b,c planche 8.3). D'autre part, deux changements notables peuvent intervenir :

- pour les inclusions de grande taille, l'aplatissement devient important et une fracturation par clivage se produit au bout de quelques jours (malgré l'augmentation progressive des sollicitations);
- pour les inclusions de taille plus petite, on observe un aplatissement et surtout un "effondrement" de la cavité qui se subdivise partiellement en petites inclusions (clichés d,e,f planche 8.3).

Comme l'atteste en fin d'essai la présence de bulles de retrait à l'intérieur des inclusions, les morphologies obtenues restent acquises lors de la diminution des contraintes et de la baisse de la température, le rééquilibrage est lent et l'inclusion ne reprend pas sa forme initiale.

#### 8.2.3. Fracturation thermique de la halite assistée par fluide

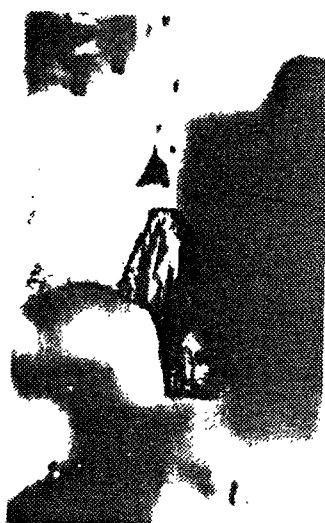
Lorsque l'on porte brutalement à haute température (supérieure à 100°C) un échantillon de grande dimension de sel laiteux (10x5x5cm) dans un four, il éclate violemment en nombreux morceaux. Les échantillons de sel phénoblastique ne présentent que rarement cette fracturation thermique. Ce phénomène provient de l'éclatement des inclusions fluides intracristallines et intercristallines. Nous avons vu précédemment que l'augmentation de la température provoque une augmentation de la pression interne des inclusions. Lorsque cette augmentation est lente, l'accumulation de l'énergie pour une inclusion est progressive et permet une dissipation par dissolution ou par déformation plastique des parois de la cavité. Lorsque l'augmentation de la température est brutale, l'énergie accumulée est suffisante pour que l'inclusion éclate en provoquant des clivages ou des ouvertures de joints de grains, c'est le mécanisme bien connu de "décrépitation" des inclusions. Les valeurs de la pression interne des inclusions fluides à la rupture dépendent de nombreux facteurs tels que la forme, la taille, ou la position des inclusions.

Deux autres types de fissuration des cristaux liés aux inclusions fluides intracristallines de grande taille, ont été observés lors de l'essai de fluage du sel laiteux avec montée en contrainte et en température rapide.



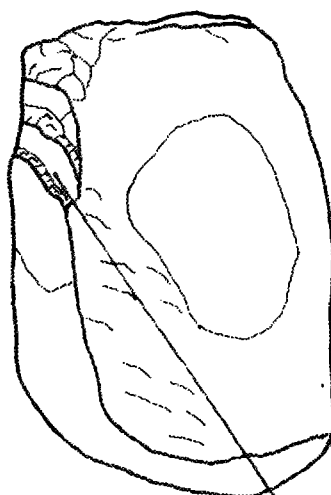
a

↑  
ETAT FINAL



b

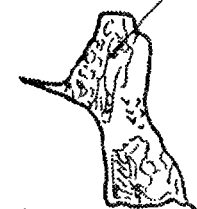
1 mm



c

100  $\mu$ m

CRENELURES



d

PLANCHE 8.2 - CLICHES PHOTOGRAPHIQUES ET SCHEMAS CORRESPONDANT MONTRANT LES MORPHOLOGIES DES INCLUSIONS FLUIDES LORS DE L'AUGMENTATION PROGRESSIVE DE LA CONTRAINTE.

- Les clichés a,b,c, planche 8.4 montrent la fissuration progressive d'un grain de halite par une inclusion de taille millimétrique proche de la surface de la lame. Lors de la montée en contrainte et température, il y a ouverture brutale d'un demi-plan de clivage (C1 cliché b, planche 8.4), subparallèle à la direction de contrainte, qui traverse le grain depuis l'inclusion jusqu'à la surface de la lame et provoque l'évaporation partielle de la saumure. Un deuxième clivage traversant le grain et l'inclusion, apparaît à la fin de la montée en contrainte (C2 cliché c, planche 8.4). L'inclusion se vide complètement. Cette fissuration est due à la fois à la contrainte externe et à la pression interne, l'inclusion jouant le rôle d'une discontinuité favorisant l'ouverture des clivages (cette fissuration ne se produit pas pour les inclusions de taille petite et moyenne).

- Pour de nombreuses inclusions de grande taille ou de taille moyenne, il y a apparition d'un plan de clivage partiel qui se remplit de saumures, celles-ci restent piégées et forment des gouttelettes sphériques ou tubulaires selon les processus décrits lors du chapitre 4 (cliché d,e planche 8.4).

### **8.3. OBSERVATION AU MICROSCOPE DE LA THERMOMIGRATION DES INCLUSIONS FLUIDES INTRACRISTALLINES DANS LE SEL LAITEUX ET LE SEL PHENOBLASTIQUE LORS DU FLUAGE EN MICROCELLULE SOUS GRADIENT DE TEMPERATURE**

#### **8.3.1. La thermomigration des inclusions fluides dans la halite**

Les inclusions fluides intracristallines sont susceptibles de migrer vers une source de chaleur par diffusion à travers la halite. Ce phénomène très particulier a pour cause l'augmentation de la solubilité de la halite avec la température (figure 8.4) et donc la différence de solubilité entre les parois froides et les parois chaudes des cavités remplies de saumures lorsqu'elles sont soumises à un gradient thermique. Il y a dissolution aux parois plus chaudes et recristallisation aux parois plus froides, ce qui provoque la migration des inclusions vers la source de chaleur.

Ce phénomène a été étudié par de nombreux auteurs dans le cadre d'études préliminaires sur les possibilités de stockage souterrain de déchets radioactifs en formations salifères. Aux USA les études in situ et en laboratoire ont eu pour but de modéliser cette migration (Bradshaw 1968, Jenk et Clairborne 1981, Jockwer 1985, Roedder 1982, 1984). C'est cependant un problème délicat car de nombreux paramètres entrent en jeu. Dans le cas des inclusions du sel de la Bresse, des mesures ponctuelles de vitesse de migration thermique ont été réalisées en laboratoire (P.Moge, communication orale). Leurs résultats montrent que chaque inclusion possède sa propre vitesse de migration et que le contenu et la taille de l'inclusion interviennent de façon notable dans ce phénomène.

Nous avons réalisé des essais de fluage en microcellule sous gradient thermique. Ceci nous a permis d'une part de visualiser la migration des inclusions fluides contenues dans des lames épaisses de différents faciès de sel et d'autre part d'étudier leur rôle dans la déformation plastique et cataclastique.



cliché a 1 mm  $t=0$



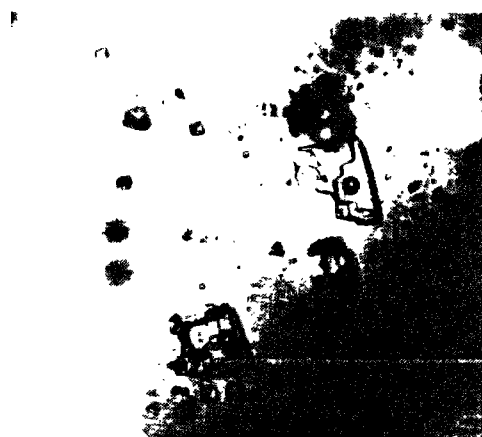
cliché b 1 mm  $t=1j$



cliché c 1 mm  $t=2j$



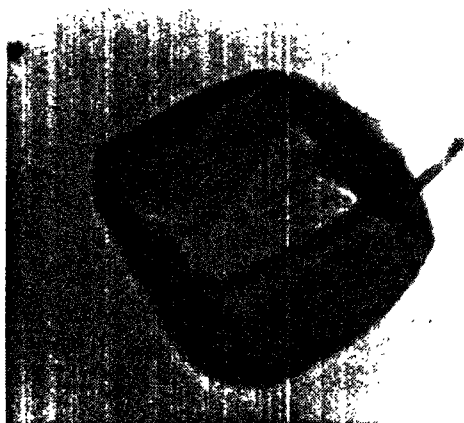
cliché d 1 mm



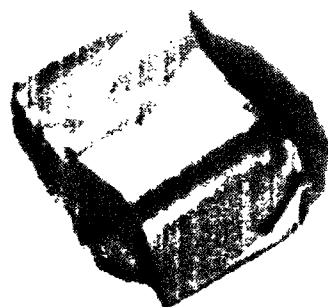
cliché e 100  $\mu$ m



cliché f 100  $\mu$ m



cliché g 50  $\mu$ m  
 $t=0$



cliché h 50  $\mu$ m  
 $t=1j$

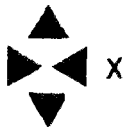
PLANCHE 8.3 - CLICHES PHOTOGRAPHIQUES MONTRANT LES MORPHOLOGIES DES INCLUSIONS FLUIDES LORS DE L'AUGMENTATION PROGRESSIVE DE LA CONTRAINTE ET DE LA TEMPERATURE.



cliché a ——— 1mm t=0



cliché b ——— 1mm t=3h



température homogène



cliché c ——— 1mm t=9h

clivage injecté de saumures



cliché d ——— 100 μm



cliché e ——— 100 μm

PLANCHE 8.4 - CLICHES PHOTOGRAPHIQUES MONTRANT LA FISSURATION THERMIQUE DES INCLUSIONS DANS DES LAMES EPAISSES EN MICROCELLULE LORS DE L'AUGMENTATION PROGRESSIVE DE LA CONTRAINTE ET DE LA TEMPERATURE.

### 8.3.2. Déroulement des essais

Dans les deux essais de longue durée réalisés et décrits précédemment sur des lames de sel laiteux et de sel phénoblastique, la migration d'un certain nombre d'inclusions de taille variées et de groupes d'inclusions, a été suivie quotidiennement au microscope, leur emplacement ainsi que leur direction et sens de migration dans la lame épaisse est indiqué sur les figures 8.7 et 8.8. Les température moyenne au cours des essais étaient de 120°C avec un gradient de 2°C/cm. La migration d'inclusions dans le sel laiteux a été observée sans application de contraintes mécaniques et à plus haute température (200°C).

Trois exemples de suivi d'inclusions dans le sel laiteux et deux exemples de suivi d'inclusions dans le sel phénoblastique lors des essais de fluage sont illustrés par les clichés des planches 8.5 à 8.9. Un exemple de thermomigration d'une inclusion fluide dans une lame épaisse sans contraintes avec un fort gradient thermique (supérieure à 50°C/cm) est présenté par la planche 8.10.

### 8.3.3. Observation de la migration des inclusions fluides à travers les cristaux de halite

Lorsque l'on considère l'ensemble des inclusions on observe que la migration se fait selon deux directions privilégiées de la cavité. Elle se fait la plupart du temps selon la direction {100} lorsque les faces (100) de la cavité sont orientées orthogonalement à la direction du gradient globale et plus rarement selon la direction {111} lorsque cette direction de la cavité est orienté parallèlement au gradient (clichés g,h planche 8.9).

Lorsque la migration s'effectue sans application de contraintes mécaniques, selon la direction {100}, la forme de l'inclusion est caractérisée d'une part par la face avant dite "de migration" (face 100) qui reste toujours plane et sans variation de surface, et d'autre part par les faces arrières qui se transforment et disparaissent en trainée irrégulière de plus petites inclusions allongées (planche 8.10). Ce phénomène provoque une diminution de volume de l'inclusion principale.

Pour les inclusions qui migrent sous un gradient de température dans une lame épaisse soumise à une contrainte mécanique, la face de migration reste toujours plane mais elle a tendance à s'allonger perpendiculairement à la direction de migration du fait de l'aplatissement selon YZ de l'inclusion (planche 8.5 et 8.6). On peut également observer un aplatissement selon XY des bords des inclusions. La trainée arrière prend une forme de minces rubans aplatis, plus ou moins allongés suivant la taille de l'inclusion (Plus la taille de l'inclusion est grande, plus la trainée est volumineuse et complexe, (planche 8.8, 8.9).

Lorsque la migration des inclusions s'effectue selon la direction {111}, ce sont alors les trois faces (100) situées les plus avant qui progressent régulièrement par dissolution en restant planes et bien développées. L'inclusion ne se reconstitue pas.

Dans le cas des inclusions de petite taille, un creusement apparent de la cavité apparaît (début de trainée). Pour les inclusions de grande taille la trainée est bien développée.

## Interprétation

Les faces de migration sont toujours régulières et planes car ce sont des lieux de dissolution continue, possédant une solubilité constante en tout point tout au long de ces faces (côté le plus chaud). Elles correspondent généralement à des plans cristallins (100). Les dissolutions sur les faces latérales à température intermédiaire sont plus lentes ce qui provoque un étirement de l'inclusion. Les recristallisations à l'arrière de l'inclusion sont par contre très irrégulières d'une part du fait des impuretés contenues dans la saumure qui gêne la précipitation et surtout du fait de la répartition de la température qui devient hétérogène ce qui provoque le morcellement de la partie arrière de l'inclusion en de multiples inclusions secondaires de petites tailles. Plus la taille de l'inclusion est importante, plus la recristallisation à l'arrière est irrégulière car le volume de saumure accentue les hétérogénéités de température (convections).

Lors des essais sous gradient thermique avec l'application de contraintes mécaniques, l'allongement selon le plan YZ est dû à la contrainte  $\sigma_1$ , l'aplatissement selon XZ est dû à la contrainte selon la direction de déformation empêchée.

### 8.3.4. Vitesse et direction de migration des inclusions fluides

#### Migration des inclusions fluides dans le sel laiteux

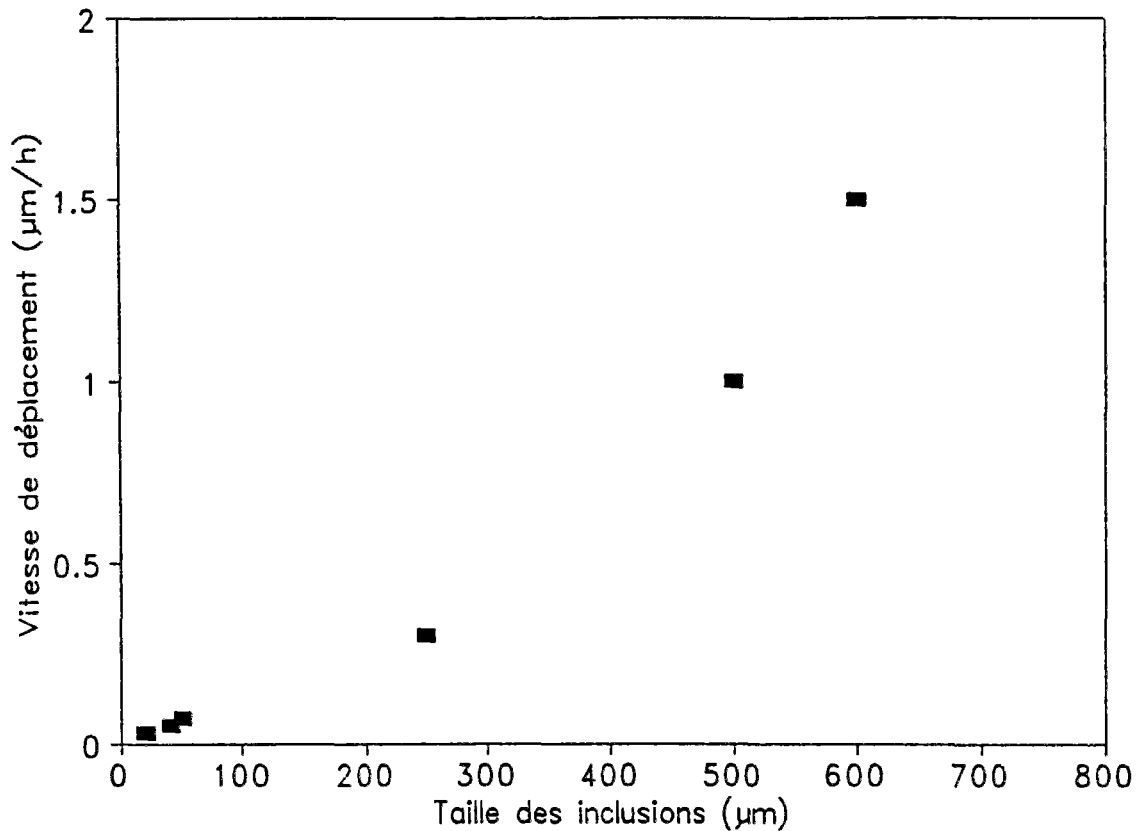
Dans l'ensemble, la migration des inclusions fluides se fait selon la direction du gradient moyen à l'exception de certaines inclusions en bordure de la lame qui ont tendance à migrer en sens opposé du fait de la déperdition de chaleur par les lames de verre de la microcellule.

Les vitesses de déplacement ont été mesurées à partir de la température finale atteinte (120-110°C) sur des inclusions situées au centre de la lame où le gradient thermique est homogène et très proche du gradient moyen. Les déplacements de certaines inclusions caractéristiques sont représentés en figure 8.7a et 8.8. Les vitesses de migration obtenues sont regroupées en figure 8.5 sur le graphe vitesses de migration en fonction de la taille des inclusions. Ce graphe est assez significative et indique une augmentation exponentielle de la vitesse avec la taille des inclusions fluides. Les déplacements des petites inclusions de taille inférieure à 100µm) sont difficiles à évaluer car ils sont très lents et surtout car ils sont du même ordre de grandeur que la déformation plastique des grains de halite (planche 8.7). L'augmentation de la vitesse de déplacement en fonction de la taille des inclusions est due à l'augmentation du volume de saumure susceptible de dissoudre la halite.

#### Migration des inclusions fluides dans le sel phénoblastique

Dans le cas de la lame de sel phénoblastique, les directions de migration des inclusions fluides sont plutôt dispersées comme l'indiquent la figure 8.7b et la figure 8.8 (schémas d,e,f,g,h). Certaines inclusions se sont déplacées selon la direction du gradient global et un grand nombre se sont déplacées obliquement et toujours selon les directions {100} ou {111} de la cavité. En bordure et en surface de la lame épaisse, les inversions de migration se sont accentuées.





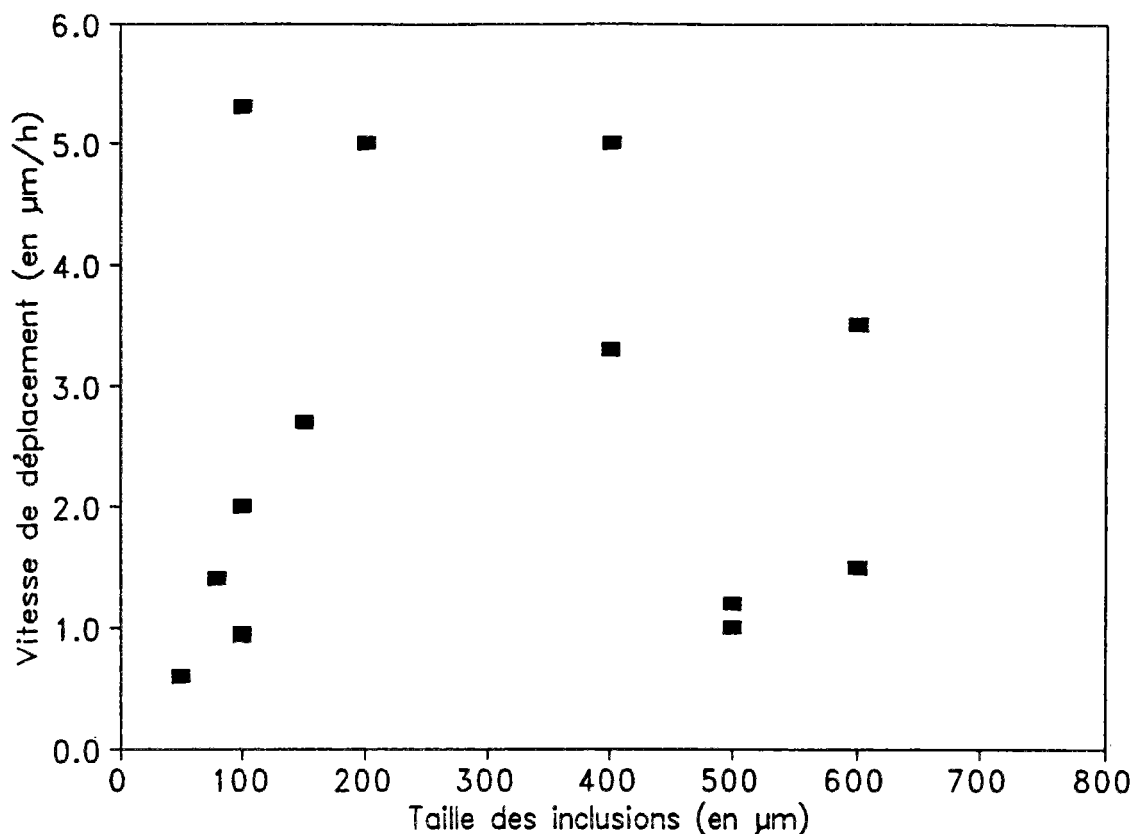
Gradient de température moyen dans la lame :  $2^{\circ}/\text{cm}$ ;  
 $T^{\circ}\text{C} = 110\text{--}120^{\circ}\text{C}$  de  $t = 5$  jours à  $t = 33$  jours

Taille des inclusions fluides :  
 longueur initiale de la face chaude imposant la migration

Durée de mesure pour toutes les inclusions : 28 jours

Figure 8.5: Graphe des vitesses de migration des inclusions fluides en fonction de leur taille dans la lame de sel laiteux.

Le graphe en figure 8.6 montre que les vitesses de déplacement sont également très dispersées et surtout indépendantes de la taille des inclusions. Ces phénomènes de dispersion des directions de migration des inclusions fluides dans le sel phénoblastique sont certes aggravés par les défauts du dispositif d'essai, mais semble la plupart du temps être dus à des variations locales de direction et d'intensité du gradient de température moyen dans chaque grains à cause de nombreuses hétérogénéités de texture de l'échantillon et notamment la présence de nodules d'anhydrite de grande taille et de plages de matrice qui font diminuer et dévier localement le gradient thermique du fait de leur faible conductivité thermique vis à vis de la halite.



Gradient de température moyen dans la lame :  $2^{\circ}/\text{cm}$ ;  
 $T^{\circ}\text{C} = 110-120^{\circ}\text{C}$  de  $t = 5$  jours à  $t = 33$  jours

Taille des inclusions fluides :  
 longueur initiale de la face chaude imposant la migration

Durée de mesure pour toutes les inclusions : 28 jours

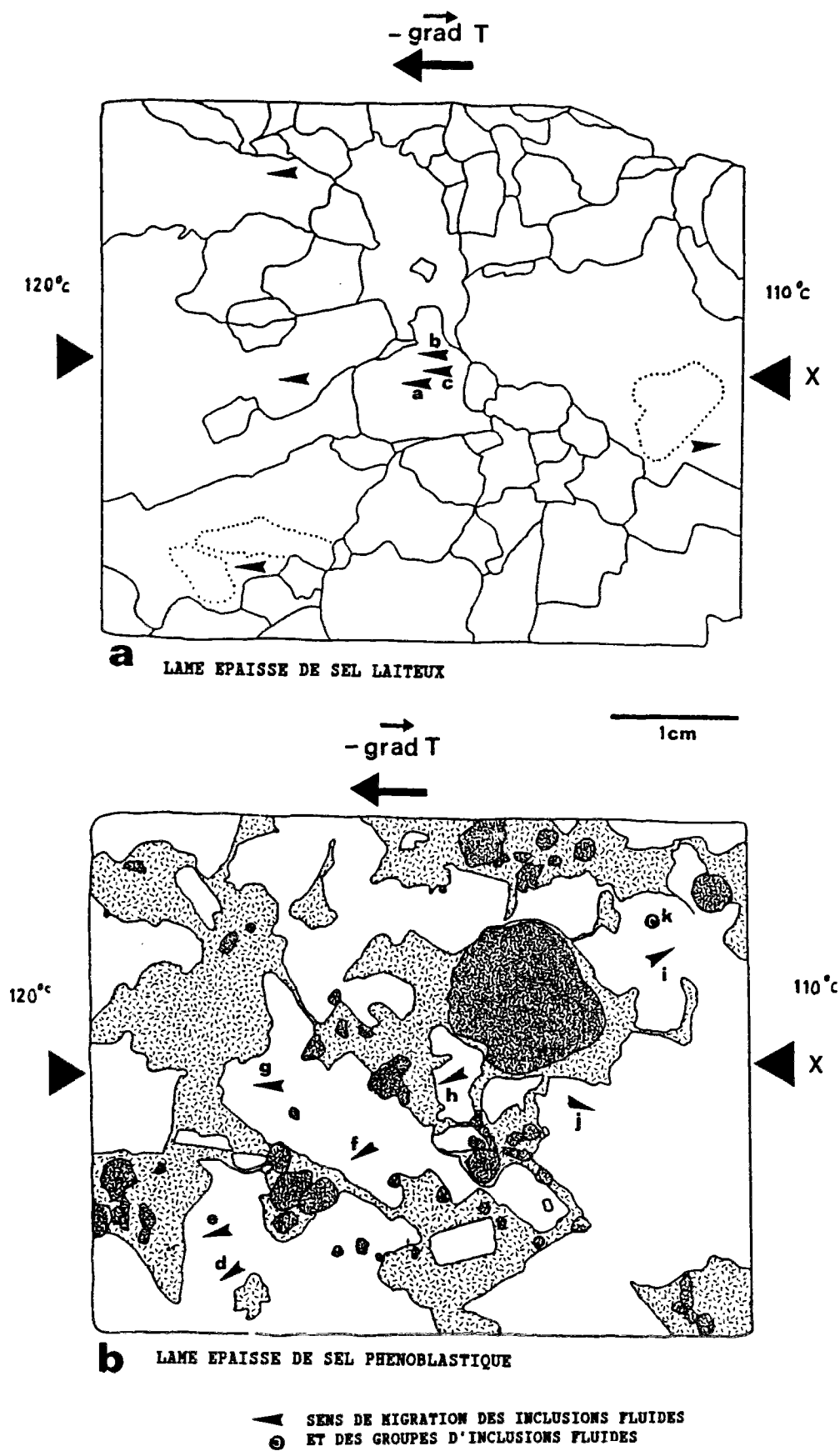
Figure 8.6: Graphe des vitesses de migration des inclusions fluides en fonction de leur taille dans la lame de sel phénoblastique.

#### 8.3.5. Observation de l'évolution de la migration des inclusions fluides en limites des grains de halite

Les joints de grains ou les plages de matrice peuvent potentiellement jouer un rôle de barrière vis à vis de cette thermomigration des inclusions fluides. Deux possibilités peuvent en théorie se présenter :

- l'inclusion traverse les joints de grains ou les plages de matrice;
- l'inclusion est stoppée et se vide dans la porosité.

FIGURE 8.7 - POSITIONNEMENT DES INCLUSIONS FLUIDES OBSERVEES LORS DE LA THERMOMIGRATION EN COURS DE FLUAGE DANS LA LAMES DE SEL LAITEUX ET DANS LA LAME DE SEL PHENOBLASTIQUE INDIQUANT LEUR SENS ET DIRECTION DE MIGRATION PAR RAPPORT AU GRADIENT MOYEN.



gradient de température = 2°C/cm



cliché a t=0



cliché b t=3j



cliché c t=6j

joint de grain à minéraux non-halitiques



cliché d t=20j



cliché e t=24j



cliché f t=30j



cliché g t=34j



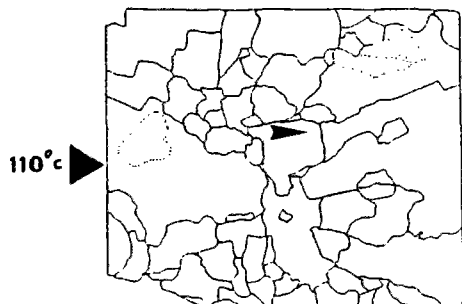
cliché h t=36j



cliché i t=44j

→  
- grad T  
→

1mm



X

120°C

110°C

gradient de température = 2°C/cm

PLANCHE 8.6 - THERMOMIGRATION DE DEUX INCLUSIONS FLUIDES DE GRANDE TAILLE AVEC TRAVERSEE D'UN JOINT DE GRAIN COMPORTANT DES MINERAUX NON-HALITQUES. ESSAI DE FLUAGE SUR LA LAME EPAISSE DE SEL LAITEUX.



cliché a

t=0

joint de grain



cliché b

t=1j



cliché c

t=2j



cliché d

t=6j



cliché e

t=15j

perte de saumure (bulle d'air)



cliché f

t=22j



cliché g

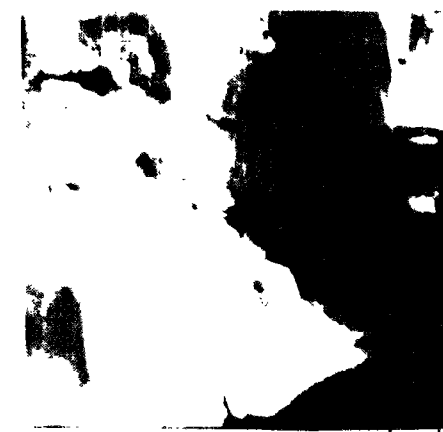
t=31j

→ - grad T



cliché h

t=38j



cliché i

t=44j

1 mm

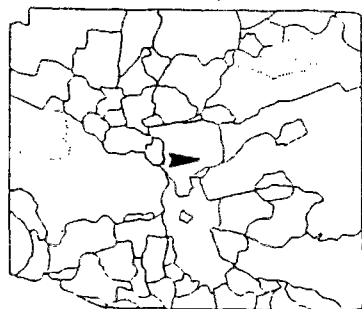
joint ouvert  
libération de saum

110°C

X

120°C

gradient de température = 2°C/cm

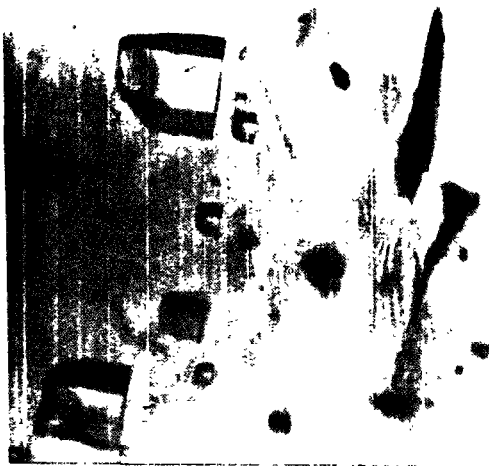


1 cm

PLANCHE 8.5 - THERMOMIGRATION D'UNE INCLUSION FLUIDE DE GRANDE TAILLE AVEC TRAVERSEE D'UN JOINT DE GRAIN. ESSAI DE FLUAGE SUR LA LAME EPAISSE DE SEL LAITEUX.



cliché a  $t=0$



cliché b  $t=1J$



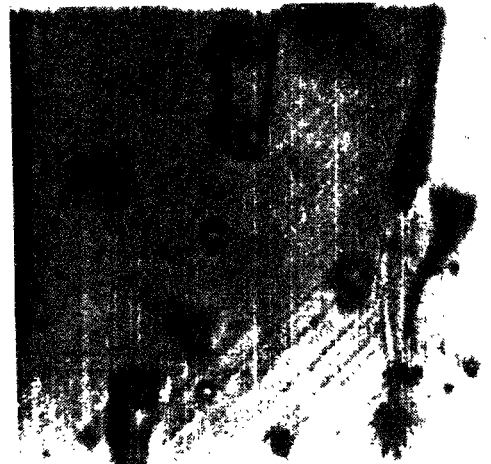
cliché c  $t=14J$



cliché d  $t=20J$



cliché e  $t=31J$



cliché f  $t=34J$



cliché g  $t=36J$



cliché h  $t=41J$

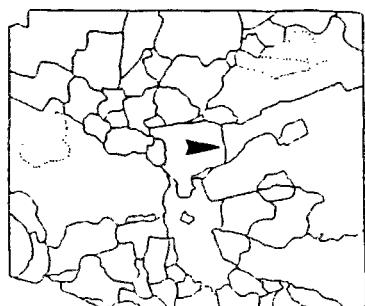


cliché i  $t=44J$

→  
- grad T  
→

100  $\mu m$

110°C



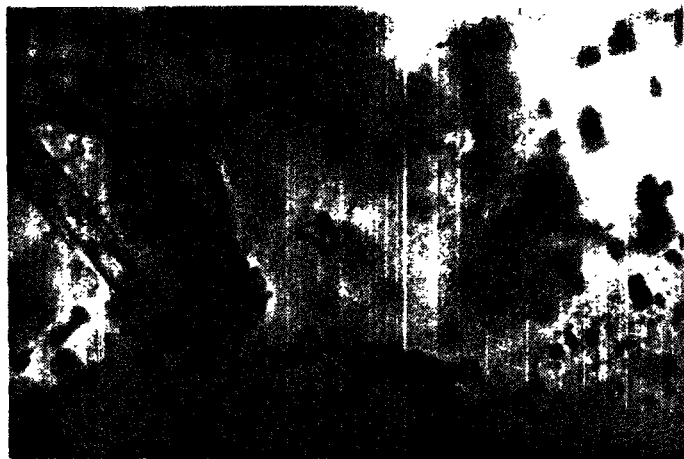
X

120°C

gradient de température = 2°C/cm

1cm

PLANCHE 8.7 - THERMOMIGRATION D'INCLUSIONS FLUIDES DE PETITE TAILLE. ESSAI DE FLUAGE SUR LA LAME EPAISSE DE SEL LAITEUX.



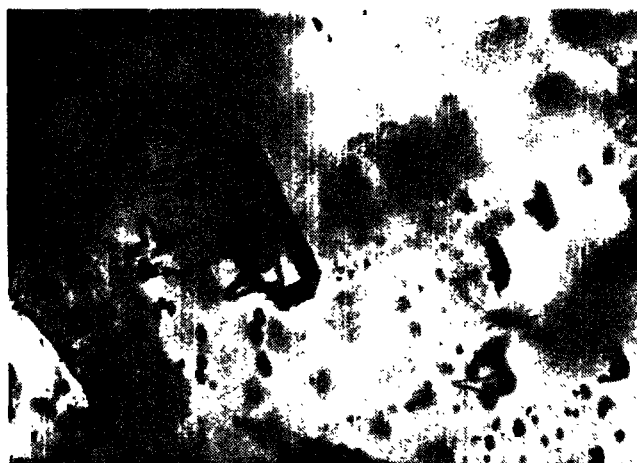
1  $t = 13 \text{ j}$



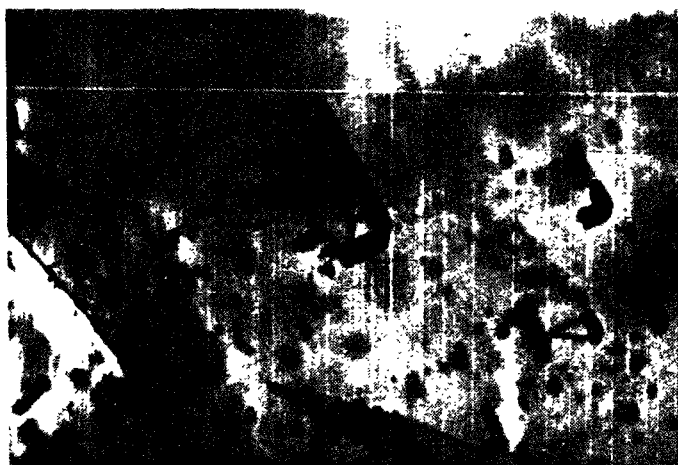
2  $t = 15 \text{ j}$



3  $t = 17 \text{ j}$



4  $t = 22 \text{ j}$



5  $t = 24 \text{ j}$



6  $t = 27 \text{ j}$



7  $t = 33 \text{ j}$



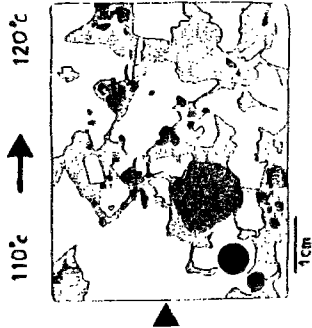
8  $t = 35 \text{ j}$



-Grad T  
110°C → 120°C  
27cm

1mm

PLANCHE 8.8 THERMOMIGRATION D'UNE INCLUSION FLUIDE DE GRANDE TAILLE DANS LA LAME ÉPAISSE DE SEL PHROBLASTIQUE LORS DE L'ESSAI DE FLUAGE



1 mm



cliché a t=0 état initial



cliché b t=1j sans gradient



cliché c t=2j sans gradient



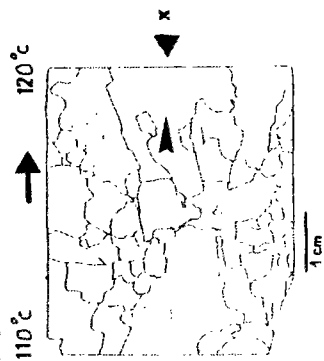
cliché d t=15j



cliché e t=20j



cliché f t=25j



cliché g 100 µm



cliché h 100 µm



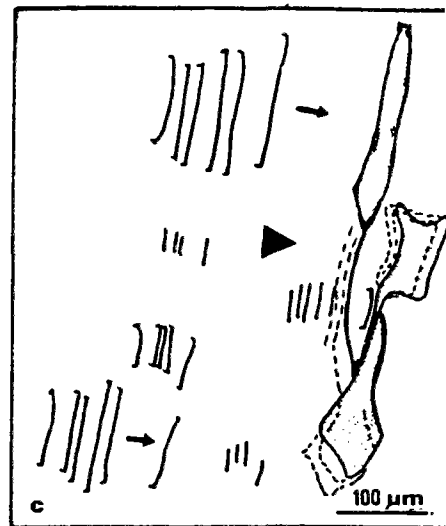
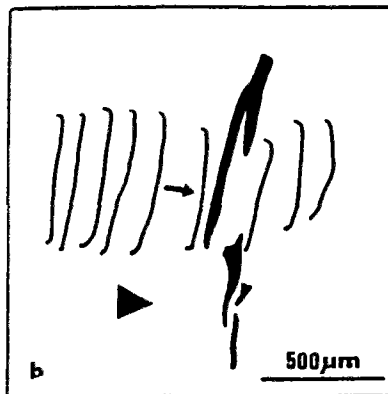
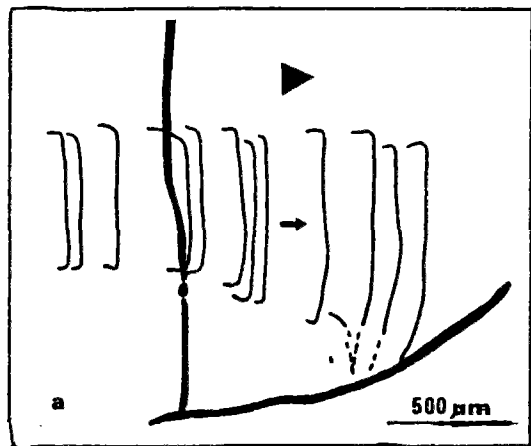
cliché i 100 µm



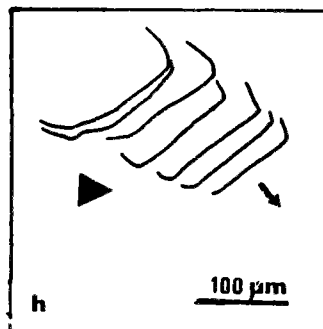
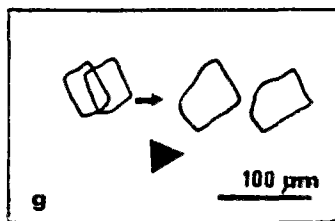
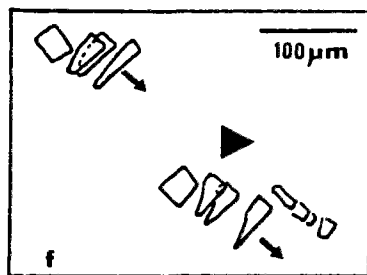
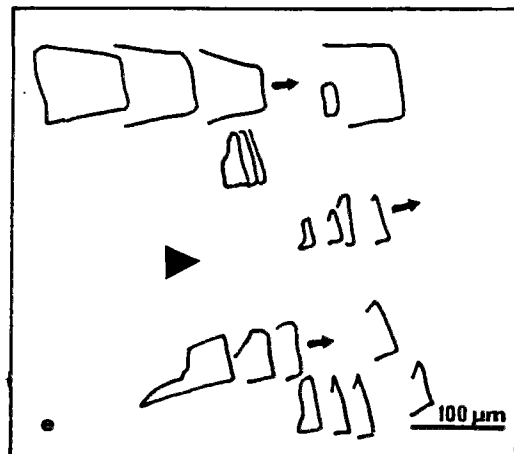
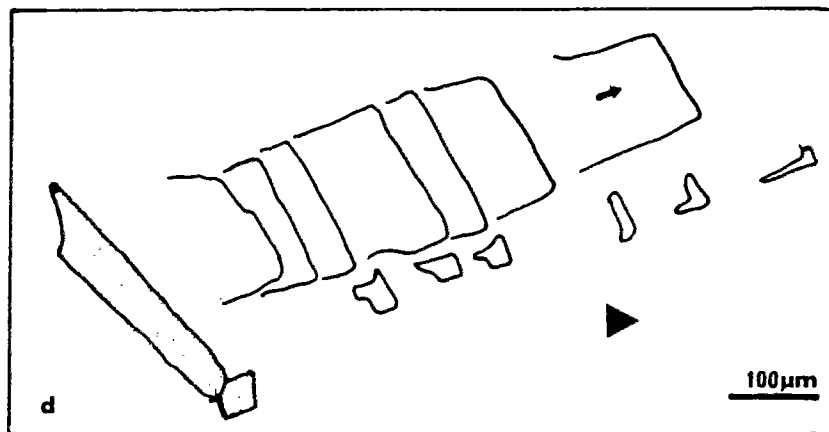
direction de migration  
de l'inclusion (111)

PLANCHE 8.9 - THERMOMIGRATION PARTICULIERE DE CERTAINES INCLUSIONS FLUIDES.  
ESSAI DE FLUAGE SUR LES LAMES EPAISSES DE SEL LAITEUX ET  
PHENOBLASTIQUE.





INCLUSIONS FLUIDES DANS LA LAME DE SEL LAITEUX  
(a,b,c dans la figure 8.7)



INCLUSIONS FLUIDES DANS LA LAME DE SEL PHENOBLASTIQUE  
(d,e,f,g,h dans la figure 8.7)

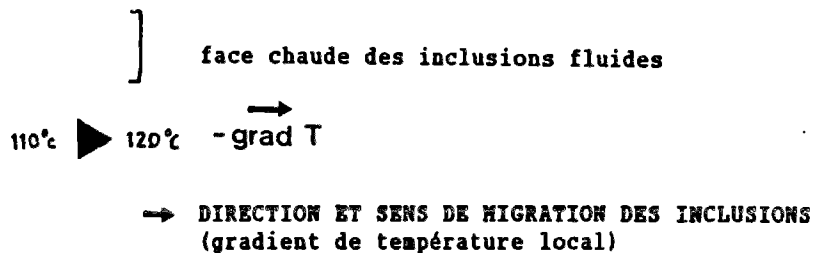


FIGURE 8.8 - DIRECTION ET SENS DE MIGRATION DES INCLUSIONS FLUIDES ET GROUPE D'INCLUSIONS FLUIDES PAR RAPPORT AU GRADIENT MOYEN, DANS LES LAMES DE SEL LAITEUX ET DE SEL PHENOBLASTIQUES AU COURS DES DEUX ESSAIS DE FLUAGE.

inclusion fluide repère (vide)



cliché a  $t=0$   $T_{\text{ambiante}}$



cliché b  $t=1j$   $T=100^{\circ}\text{C}$



cliché c  $t=2j$   $T=200^{\circ}\text{C}$



cliché d  $t=3j$   $T=250^{\circ}\text{C}$

100  $\mu\text{m}$

$\rightarrow$   
-grad T

PLANCHE 8.10 - CLICHES PHOTOGRAPHIQUES MONTRANT LA THERMOMIGRATION D'UNE INCLUSION FLUIDE DANS UNE LAME EPAISSE AVEC UN GRADIENT SUPERIEUR A  $50^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ .

Dans le dernier cas, le problème du devenir des saumures dans les joints de grains ou dans la matrice, se pose.

Plusieurs cas ont été observés dans les deux essais effectués.

Dans la lame de sel laiteux, une inclusion de grande taille (planche 8.5) a traversé un joint fermé. Dès le début du contact avec le joint de grain, une légère perte de saumure est rendue visible par l'apparition d'une bulle sombre (air) sur le cliché e. L'inclusion a cependant traversé complètement le joint sans le modifier, la vitesse de migration n'a pas été affectée. L'inclusion s'est ensuite déplacée vers un joint de grain ouvert lors de la déformation de la lame et s'est alors totalement vidée (cliché i). La cavité est noircie par des bulles d'air, la saumure étant évaporée.

Les deux inclusions de grande taille visibles sur la planche 8.6 ont également abordé un joint de grain fermé perpendiculaire à leur direction de migration, mais contenant des impuretés.

La première inclusion s'est vidée presque entièrement sans modifier la surface du joint (cliché f). La deuxième inclusion ne s'est vidée que partiellement et a traversé le joint. La structure du joint en a été modifiée, l'inclusion ayant emporté des impuretés et laissé à la place une cavité (cliché i). La vitesse de migration s'est ensuite beaucoup ralentie par manque de saumure.

Les petites inclusions (de taille inférieure à 50µm) ne traversent que rarement les joints et ont plutôt tendance à les alimenter en saumure.

Dans le cas des inclusions fluides de l'échantillon de sel phénoblastique, un certain nombre d'entre elles ont pénétré dans les plages de matrice carbonato-sulfatée à halite d'imprégnation et ont alors disparu. Bien que l'observation ne soit alors plus possible du fait de l'opacité de la matrice, il est cependant très probable que les saumures soient restées piégées dans la matrice.

Dans le cas du sel laiteux, la migration des inclusions fluides sous gradient thermique peut être considérée comme homogène selon la direction moyenne du gradient. Les inclusions possédant les plus grandes tailles migrent le plus rapidement et ne sont que très peu affectées par les joints de grains fermés. Les inclusions de petite taille sont par contre généralement stoppées dans les joints de grains et vont in situ alimenter en saumure la porosité (canaux en flaques ou tubes). Lorsque les joints sont ouverts par déformation cataclastique, toutes les inclusions fluides sont arrêtés à leur contact et se vident.

#### **8.3.6. Synthèse des observations**

Le déplacement des saumures par les joints de grains ouverts est alors possible s'ils présentent entre eux une certaine connectivité. Si la zone salifère concernée est fortement tectonisée (broyée), le phénomène de circulation des saumures sera d'autant plus accentué. Ce n'est cependant pas le cas pour les échantillons disponibles et examinés au chapitre 2.

Dans le cas des faciès de sel phénoblastique, la migration est très hétérogène et n'est pas toujours dirigée dans la direction du gradient. Les

cristaux de halite étant entourés de plages de matrice, celles-ci peuvent arrêter la migration des inclusions et piéger les saumures libérées par leur ouverture. Ces saumures vont pouvoir dans un deuxième temps se déplacer par infiltration lorsque les pores seront interconnectés ce qui n'est pas toujours le cas pour le sel phénoblastique non déformé (chapitre 3) par contre, lors de déformations cataclastiques (chapitre 7), la connection des fissures va fortement augmenter les possibilités de circulation des saumures issues de la thermomigration.

#### **8.4. OBSERVATION DES INTERACTIONS ENTRE LES INCLUSIONS FLUIDES INTRACRISTALLINES ET LA DEFORMATION PLASTIQUE DES GRAINS DE HALITE LORS DU FLUAGE**

##### **8.4.1. Observation de l'évolution de la forme des chevrons et des cornets dans des lame épaisse de sel laiteux**

Lors des différents essais de fluage effectués sur des lames épaisses de sel laiteux, l'évolution des amas d'inclusions fluides (chevrons et cornets) a été observée (clichés photographiques planche 7.2 et schémas figure 7.4, chapitre 7).

Une quantification précise des modifications n'a pas pu être réalisée, cependant on a pu observer un phénomène particulier : au lieu de s'aplatir selon X, et s'allonger suivant Z comme dans le cas des grains de halite limpide, ces amas ont tendance dans de nombreux cas à diminuer de volume au cours de l'essai.

Ceci est confirmé par les observations au microscope. Dans certains cas où le chevron est allongé perpendiculairement à la direction de contrainte X, on assiste plutôt à une distorsion des septa avec aplatissement selon X et elongation selon Z. Ceci s'accompagne parfois d'une courbure des septa (clichés a planche 8.11). Ce phénomène n'a pu être observé que pour des essais sous sollicitations mécanique et thermique car les essais sous sollicitations mécanique seules ont des évolutions lentes qui ne permettent pas une déformation suffisante sur une assez courte durée.

##### **8.4.2. Observation au microscope du comportement passif des inclusions fluides dans les amas par rapport aux cristaux de halite**

L'observation au microscope des chevrons et cornets à l'échelle des inclusions fluides permet d'expliquer le phénomène mis en évidence précédemment. Comme le montre les clichés b,c,d sur la planche 8.11, les inclusions fluides à l'intérieur des grains ainsi que les cavités vidées de leur contenu (lors du polissage) et utilisées comme marqueurs passifs, ont toutes subies une déformation rotationnelle par cisaillement. Le sens et l'intensité de cette rotation dépend directement de l'orientation des inclusions et de celle du plan de glissement (110) par rapport à la direction de contrainte.

Ces clichés montrent bien que la déformation du réseau cristallin, des inclusions fluides et des marqueurs passifs se fait par glissement selon la direction {110}. On observe sur ces clichés que les marqueurs se rapprochent fortement au cours de la déformation selon une direction {110} et s'éloignent dans des directions perpendiculaires. Par contre, les distances entre les

marqueurs et les inclusions selon les alignements {100} sont conservées. Ceci aboutit à une distorsion par rotation des plans d'inclusions et du réseau cristallin avec rapprochement des plans (100) et donc des inclusions ce qui explique la diminution apparente du volume des chevrons ou cornets.

#### **8.4.3. Evolution possible de la déformation passive des inclusions fluides**

Il n'a pas été possible d'aller plus loin dans la déformation passive des inclusions (le piston de la microcellule étant arrivé en bout de course). L'évolution possible est un aplatissement des inclusions ainsi qu'un regroupement (coalescence passive). De ce fait, il y a plusieurs possibilités d'évolution suivant le champ de contrainte et suivant la durée de maintien de la sollicitation.

Dans un champ de contrainte à fort déviateur avec une durée de l'ordre de celle des essais en laboratoire, il est probable que la déformation des inclusions facilite la fissuration des cristaux et libère les saumures. par contre, dans un champ de contrainte à fort confinement, lors de durées de déformation à l'échelle des temps géologiques, les processus de dissolution-cristallisation peuvent entrer en compétition avec la déformation plastique et permettre la déformation active des inclusions selon l'orientation des contraintes.

Nous avons vu qu'au cours des phénomènes de recristallisation dynamique, les processus de migration des limites de grains par dissolution-cristallisation ou par rotation des sous-grains, sont prépondérants. Il est probable que dans de nombreux cas, les inclusions soient absorbées dans les joints de grains. Ceci active la dissolution-cristallisation et contribue à accélérer les processus de la transformation.

#### **8.4.4. Texture des faciès de sel recristallisé**

Pour confirmer l'hypothèse précédente nous avons observé en lame mince au microscope des grains de halite des faciès de sel recristallisé du site de Asse. De nombreuses reliques de halite laiteuse ont été observées (clichés a et b planche 8.13). Lorsqu'on les compare aux reliques de halite laiteuse de la Bresse créés par des dissolutions lors de la sédimentation ou lors de la diagenèse précoce (cliché c planche 8.13), on constate une grande similitude. Les groupes d'inclusions fluides présentent dans les deux cas des troncatures identiques et des recristallisations syntaxiques.

Ces textures à reliques d'inclusions primaires dans le sel recristallisé ne peuvent pas provenir des glissements ou de montée des dislocations qui déforme l'ensemble du grain et ne laissent aucunes parties intactes. Ces reliques correspondent vraisemblablement à des marqueurs des processus de dissolution-cristallisation.

Ces observations permettent d'argumenter la théorie de la prépondérance des phénomènes de recristallisation dynamique par dissolution-cristallisation à l'échelle des temps géologiques.

#### **8.4.5. Observation de l'évolution de la saumure contenue dans les joints de grains**

Plusieurs types de joints ont été observés. Pour les clivages remplis d'humidité, l'évolution par rupture du film fluide puis évaporation ou expulsion a toujours été observée. Dans certains cas, des restes de saumures contractés en goutellettes sphériques ou tubulaire sont piégés et n'évoluent quasiment plus.

Dans le cas des joints de grains à morphologie en canaux tubulaires ou en flaques remplis de saumures originelles ou d'humidité, il se produit la plupart du temps une modification des remplissages par circulation et généralement évaporation ou expulsion de ces saumures. Dans ce cas aussi, certaines inclusions restent piégées et ne semblent plus évoluer.

Dans le cas des joints de grains à cavités en inclusions, on observe la disparition d'une partie de la saumure au bout de plusieurs jours d'essai. Cette disparition n'est a priori pas due à l'évaporation car elle s'effectue tardivement par rapport à l'augmentation de la température. Il est probable que les processus physico-chimiques ainsi que la déformation plastique modifiant la structure des joints de grains soient à l'origine de cette disparition qui s'effectue à la limite de résolution des observations au microscope.

#### **8.4.6. observation des joints de grains au microscope optique en cours d'essais de fluage et au M.E.B. après l'essai**

Les observations ont été effectuées pendant l'essai de fluage de longue durée de la lame de sel laiteux. On a pu suivre l'évolution de la morphologie de certains joints de grains qui contenaient des saumures non évaporées ou non expulsées au cours de l'essai du fait d'une bonne fermeture aux deux extrémités de la lame épaisse. On peut voir à l'aide des clichés a,b,c (planche 8.12) l'apparition d'une crénulation en surface de ces joints. Cette crénulation s'est beaucoup développée jusqu'à la fin de l'essai notamment lors de la montée à 15 MPa et 130°C puis 175°C. Cette crénulation peut être plus ou moins intense suivant les joints de grains observés et ressemble beaucoup aux figures résultant d'un phénomène de stylolitisation.

#### **8.5. OBSERVATION DE L'EVOLUTION DES INCLUSIONS FLUIDES INTERCRISTALLINES ET DES JOINTS DE GRAINS LORS DU FLUAGE**

Lorsqu'on observe les clichés d et e (planche 8.12) de la même lame mais obtenus au microscope électronique à balayage après l'essai, on peut se rendre compte de nombreuses modifications par rapport à la morphologie originelle des joints de grains (chapitre 3). Ces modifications sont surimposées à la crénulation observée précédemment et qui est ici représentée par les différentes facettes du cliché a. Suivant chaque facette de crénulation on peut observer des figures de corrosions différentes. Sur une face, se sont des crénulations assez petites, sur d'autres, on peut voir des surfaces lisses et nervurées; sur une autre enfin, on peut observer des restes de canaux en flaques.

Ceci met bien en évidence qu'en plus de la déformation plastique des joints de grains, il peut se produire une activité physico-chimique assez intense lorsqu'ils sont remplis de saumures. Celles ci ne lubrifient pas et

n'ouvrent pas le joint de grain comme dans le cas des injections de saumure, mais elles permettent de faire évoluer le joint de grain en surface stylolitisée.

Ces observations illustrent bien la complexité du comportement mécanique des joints de grains lorsqu'ils sont remplis de saumures et elles indiquent, malgré la faible durée de l'essai (2 mois), que l'on peut amorcer dans ces conditions les processus de dissolution-cristallisation.

## 8.6. Conclusion

A partir des observations du comportement des inclusions fluides effectuées lors des essais expérimentaux, quatre points importants peuvent être dégagés.

- Lorsque des échantillons de grande taille de sel laiteux ou limpide sont soumis à des sollicitations thermiques et/ou mécaniques brutales, les inclusions fluides intracristallines et intercristallines font éclater la roche.

- Lors de sollicitations thermiques et/ou mécaniques progressives, la vitesse et les possibilités d'évolution des inclusions fluides intracristallines sont très grandes à l'échelle de durée des essais en laboratoire pour deux raisons essentielles :

- la forte solubilité de la halite et son augmentation avec la température facilitent et accélèrent les processus de dissolution-cristallisation dans les inclusions;

- la forte plasticité de la halite facilite la déformation des inclusions lors de l'augmentation de la pression interne ou externe.

- Lorsque les inclusions fluides intracristallines, soumises à des contraintes, supportent un gradient de température, elles migrent vers la source de chaleur. Cette migration est homogène pour le sel laiteux, les inclusions migrant toutes selon la direction du gradient de température. Elle est hétérogène pour le sel phénoblastique vraisemblablement à cause de la présence en grande quantité de plages de matrice et de nodules d'anhydrite. Cette thermomigration va faciliter les circulations de saumures entre les grains de halite et dans les plages de matrice d'une part et dans les joints ouverts ou les fissures lors de la déformation cataclastique d'autre part.

- L'évolution passive des inclusions fluides intracristallines lors de la déformation plastique des grains de halite indique qu'elles se déplacent vers les joints de grain. L'observation lors du fluage, de ces joints de grain contenant des inclusions fluides, a montré qu'ils subissent une stylolitisation indiquant que les mécanismes de dissolution-cristallisation aux joints de grains peuvent apparaître à l'échelle de durée des essais en laboratoire.



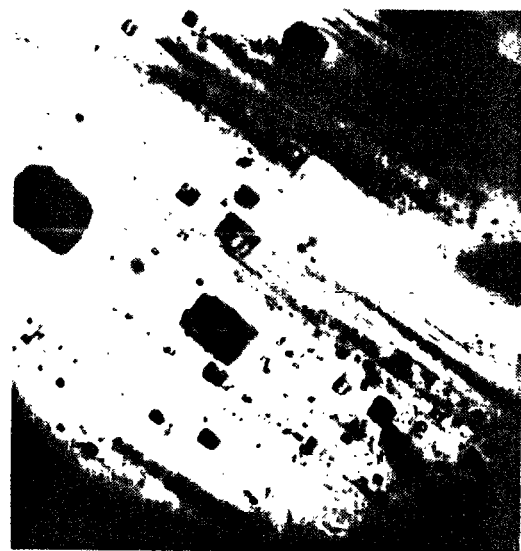
chevron déformé

cliché a

1mm

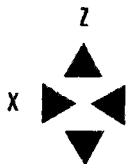


cliché b  
t=0



cliché c t=2j

100 μm



cliché d t=6j 100 μm

inclusions fluides en marqueurs passifs

PLANCHE 8.11 - CLICHES PHOTOGRAPHIQUES PRIS AU MICROSCOPE OPTIQUE MONTRANT LA DEFORMATION PASSIVE DES INCLUSIONS FLUIDES INTRACRYSTALLINES LORS DES ESSAIS DE FLUAGE SUR LES LAMES EPAISSES DE SEL (A17FD).





cliché a

1mm



cliché b

100µm



cliché c

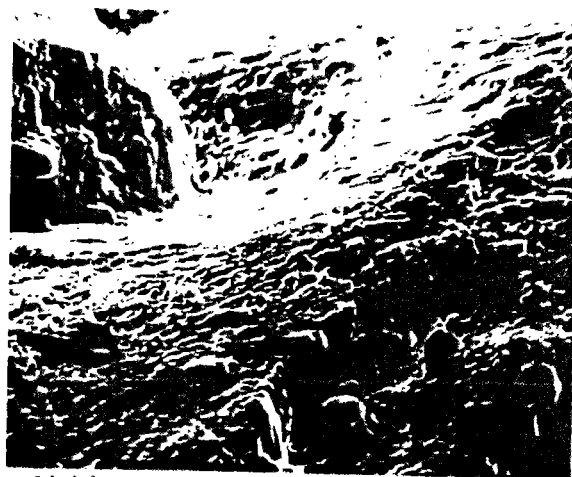
100µm

clichés pris au microscope optique



cliché d

1mm



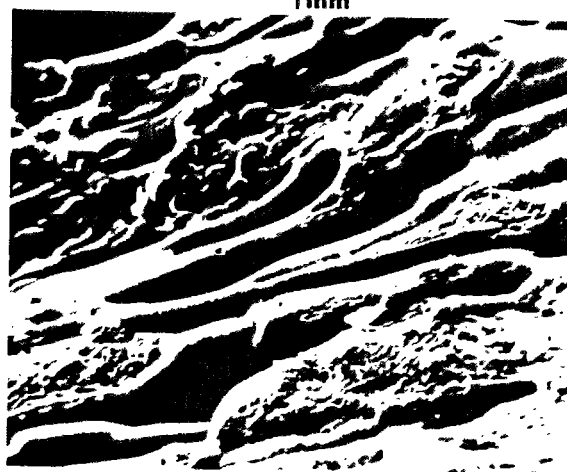
cliché e

1mm



cliché f

100µm



cliché g

100µm

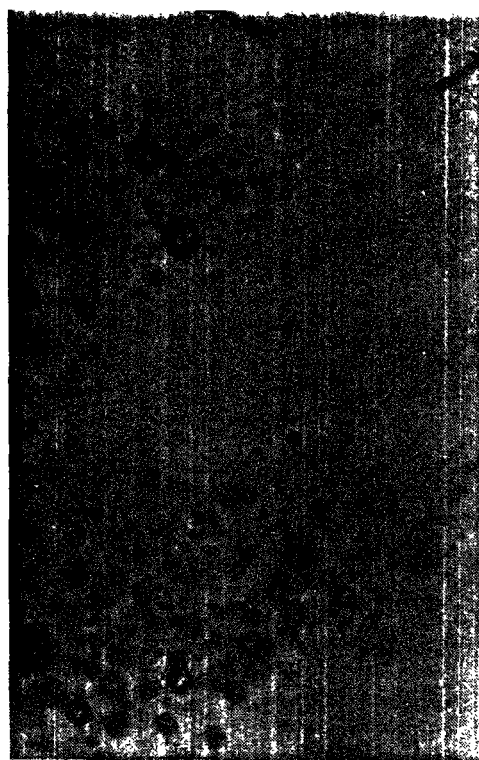
clichés pris au M.E.B.  
surface corrodée d'un joint stylolitisé

PLANCHE 8.12 - CLICHES PHOTOGRAPHIQUES PRIS AU MICROSCOPE OPTIQUE ET AU M.E.B.  
MONTRANT L'EVOLUTIONS DE JOINTS DE GRAINS A INCLUSIONS DE  
SAUMURES LORS DE L'ESSAI DE FLUAGE DU SEL LAITEUX.



cliché a

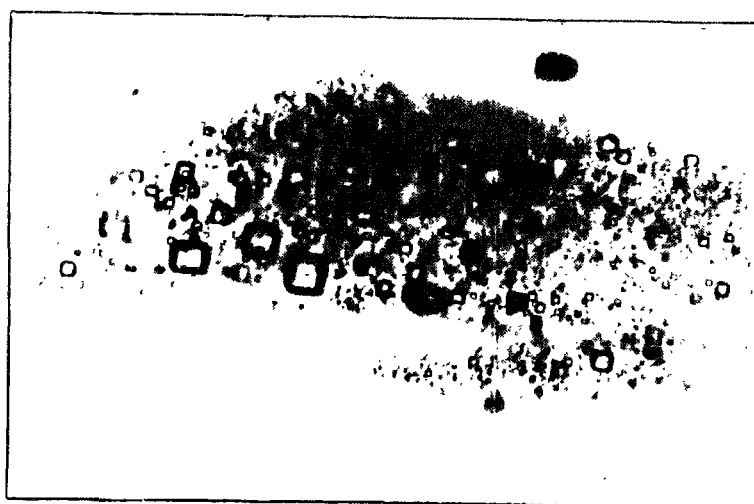
1mm



cliché b

1mm

Sel recristallisé du dôme de Asse



cliché d

100µm

Sel laiteux de la Bresse

PLANCHE 8.13 - CLICHES PHOTOGRAPHIQUES PRIS AU MICROSCOPE OPTIQUE SUR DES LAMES EPAISSES MONTRANT LES "RELIQUES" D'INCLUSIONS FLUIDES PRIMAIRES DANS LE SEL RECRISTALLISE DU DOME DE ASSE ET DANS LE SEL DE BRESSE.

Les observations texturales des lames minces de sel recristallisé de dôme a montré de nombreuses "reliques" d'inclusions fluides primaires comparables à celles observées dans les faciès de sel laiteux et de sel limpide de la Bresse. Leur présence permet de confirmer que les processus de dissolution-cristallisation jouent un certain rôle associés aux mécanismes de déformation plastique dans la recristallisation dynamique de ces roches.

---



## **CONCLUSION**



## CONCLUSION GENERALE

A travers cette étude, nous nous sommes attachés à montrer que les saumures contenues dans les roches halitiques des formations salifères du Bassin bressan apparaissent, dans certains faciès, en quantités non négligeables et peuvent jouer un rôle important dans les mécanismes de déformation de ces roches soumises à des sollicitations mécaniques et thermiques. Ceci est à considérer aussi bien à l'échelle humaine d'un projet souterrain qu'à l'échelle des temps géologiques lors de la formation de dômes ou de diapirs.

Dans la première partie du travail, au cours d'une étude pétrographique et pétrophysique, nous avons caractérisé les saumures contenues dans les roches halitiques du Bassin bressan et tenté d'effectuer une quantification de leurs teneurs dans les principaux faciès. Dans la deuxième partie de l'étude nous avons analysé le rôle potentiel de ces saumures dans les mécanismes de déformation à partir d'une synthèse bibliographique et nous avons pu en préciser certains aspects à partir d'essais expérimentaux réalisés avec une microcellule de fluage permettant l'observation au microscope, en continu, de la déformation d'une lame épaisse de matériau.

### Caractérisation des saumures dans leur contexte pétrographique

A partir d'un échantillonnage représentatif effectué sur les quelques sondages profonds disponibles, l'analyse pétrographique a permis d'individualiser plusieurs lithofaciès halitiques (chapitre 2).

L'étude de l'espace poreux a été effectuée en conjuguant des mesures de porosité totale, des analyses par porosimétrie au mercure et des observations au microscope optique ainsi qu'au M.E.B.. Deux méthodes spécifiques pour la mesure des faibles porosités des roches salines ont été développées. Celle qui s'est révélée la plus adéquate consiste à mesurer le volume total de l'échantillon à l'aide d'un volumètre à mercure, et le volume des pores à l'aide d'un pycnomètre à hélium de grande précision (chapitre 3).

L'observation des inclusions fluides intercristallines et intracristallines a montré la grande diversité de leur forme, taille et contenu ainsi que leur répartition très variable dans les différents faciès halitiques.

Une méthode de quantification de la teneur en saumures intracristallines dans les principaux faciès, a été développée à partir de la mesure précise de la masse volumique du squelette solide des échantillons soit par saturation au décane et pesée hydrostatique pour des échantillons de relativement grand volume (50 cm<sup>3</sup>), soit à l'aide du pycnomètre à hélium pour les échantillons de plus petit volume (inférieur à 5 cm<sup>3</sup>) (chapitre 4).

Cette première partie de l'étude a permis de distinguer et de caractériser trois lithofaciès halitiques principaux, omniprésents dans la série salifère.

Les faciès de sel laiteux et hyperlaiteux sont organisés en séquences décimétriques séparées ou non par des joints de sédimentation plus ou moins

épais et qui peuvent parfois être superposées sur des niveaux métriques. Ces roches sont caractérisées par la faible proportion des minéraux non halitiques, inférieure à 1% à l'intérieur des séquences et à 5% pour un ensemble de séquences incluant les joints de sédimentation. Ils possèdent une porosité de joints de grains non connectée, in situ, comprise entre 0,25 et 0,5%. Les pores de ces joints de grains ont des rayons de l'ordre de 3 à 10µm et des accès inférieurs à 0,1µm lorsque la roche est décomprimée. Leur morphologies ont des réseaux de flaques et de tubes ou d'inclusions qui proviennent de la corrosion par les saumures qu'ils contiennent. In situ, ces saumures intercristallines ajoutées aux saumures intracristallines des zones laiteuses correspondent à une teneur volumique de l'ordre de 2%, soit 20 litres par m<sup>3</sup> de matériau.

Le faciès de sel limpide ou peu laiteux provenant de dissolutions et remplissages synsédimentaires est organisé en passées métriques. Il possède des caractéristiques et notamment une composition minéralogique et un volume poreux comparables à celle du sel laiteux mais avec une proportion d'inclusions fluides beaucoup moins forte. La teneur volumique en saumure de ce faciès peut être estimée à environ 1% soit 10 litres par m<sup>3</sup> de matériau.

Le sel phénoblastique forme des passées métriques à plurimétriques. Il est caractérisé par une forte proportion de minéraux non halitiques, comprise entre 10 et 20% en poids. Il possède une texture particulière formée par la juxtaposition de phénoblastes de halite, de plages de matrice et de nodules d'anhydrite. Trois types principaux de sel phénoblastique sont à distinguer :

- le sel phénoblastique à matrice carbonato-sulfatée à halite d'imprégnation qui possède une faible porosité de l'ordre de 0,5% en moyenne et une teneur volumique en saumures de l'ordre de 0,5% soit 5 litres par m<sup>3</sup> de matériau;
- le sel phénoblastique à matrice carbonato-sulfatée sans halite d'imprégnation qui possède une porosité de l'ordre de 1% en moyenne et une teneur volumique en saumures inférieure à 1% soit 10 litres par m<sup>3</sup> de matériau;
- le sel phénoblastique à matrice carbonato-argileuse sans halite d'imprégnation qui possède une porosité de l'ordre de 1,5% en moyenne et une teneur en saumures inférieure à 1,5% soit 15 litres par m<sup>3</sup> de matériau.

In situ le volume poreux du sel phénoblastique est difficilement accessible du fait de la répartition particulière des plages de matrice, par contre les joints de sédimentation qui possèdent des compositions minéralogiques comparables peuvent présenter des perméabilités plus fortes car la porosité est interconnectée sur une grande distance latérale.

#### Rôle des saumures dans les mécanismes de déformation

Les quantités non négligeables de saumures présentes dans certains faciès halitiques ainsi que la forte solubilité de la halite rendent nécessaire la prise en compte du rôle des saumures dans les études des mécanismes de déformation sous sollicitations mécaniques et thermiques des roches halitiques.



Une analyse bibliographique ainsi que des essais de fluage réalisés sur des lames épaisses dans une microcellule qui donne la possibilité de suivre au microscope l'évolution de la déformation ont permis d'aboutir à un certain nombre de conclusions.

On peut considérer a priori qu'il y a schématiquement trois possibilités pour une roche halitique d'accomoder des sollicitations mécaniques et thermiques :

- la déformation cataclastique;
- la déformation plastique;
- la déformation par dissolution-cristallisation et transfert de matière par les saumures.

#### A l'échelle humaine

Les processus de fluage des différents faciès des roches halitiques sont gouvernés par les mécanismes de déformation cataclastique et plastique. Pour le sel laiteux et limpide, dans un champ de contrainte déviatorique et avec une grande vitesse d'établissement des sollicitations, la déformation cataclastique est prépondérante et permet la circulation des saumures intergranulaires. Par contre lorsque la vitesse de déformation est lente, les joints ouverts ont tendance à se refermer réduisant la possibilité de circulation des saumures, c'est alors la plasticité des grains qui contrôle la déformation de la roche. Pour le sel phénoblastique, dans un champ de contrainte déviatorique, la déformation est contrôlée d'une part par la plasticité des phénoblastes de halite et d'autre part par la déformation cataclastique ce qui engendre le développement d'une fissuration dans la matrice et dans les phénoblastes, et ceci même pour une faible vitesse de déformation. Dans ce cas, les possibilités d'augmentation de porosité accessible et surtout les possibilités d'augmentation de la perméabilité sont très grandes.

A court terme, dans une roche halitique sollicitée mécaniquement et thermiquement, les saumures peuvent intervenir de deux manières dans les processus de déformation :

- un apport extérieur conséquent de saumures peut contribuer à fortement augmenter le fluage des grains de halite (Spiers 1986) mais également, dans le cas d'un fort déviateur, à favoriser le fluage "tertiaire" et la rupture de la roche par dissolution et lubrification des joints de grains;

- soumises à un gradient de température, les inclusions fluides intracristallines et intercristallines peuvent réagir selon deux processus :

- 1) si la sollicitation thermique est quasi instantanée, l'évolution des inclusions provoque une fissuration de la roche et sa rupture;
- 2) si la sollicitation thermique est progressive, les inclusions fluides intracristallines migrent vers la source de chaleur; cette migration est homogène pour le sel laiteux ou limpide, et hétérogène pour le sel phénoblastique. Elle facilite les circulations de saumures entre les grains de halite aussi bien lors de la phase à déformation cataclastique prédominante que lors de la déformation plastique.

## A l'échelle des temps géologiques

Deux mécanismes peuvent être à l'origine des processus de recristallisation dynamique des grains de halite : la déformation plastique par rotation des sous-grains et la déformation par dissolution-cristallisation aux joints de grains.

Les mécanismes de transfert de matière en solution par diffusion à travers les saumures entre les cristaux sont lents pour la plupart des minéraux. L'observation de la déformation passive des inclusions fluides intracristallines lors de la déformation plastique des grains de halite indique qu'elles se déplacent vers les joints de grains. L'observation du comportement des joints de grains lors des essais de fluage a montré qu'ils subissent une stylolitisation ce qui signifie que les mécanismes de dissolution-cristallisation peuvent apparaître à l'échelle de durée des essais en laboratoire.

L'analyse géochimique du réseau cristallin de la halite n'a pas mis en évidence de ségrégations de calcium dans les faciès de sel laiteux ou limpide de la Bresse dans les limites de résolution de la microsonde utilisée. Par contre des concentrations significatives ont été mises en évidence aux abords des joints de grains des faciès de sel recristallisé du dôme de Asse pouvant indiquer des transferts de matière par l'intermédiaire des saumures. De plus l'observation au microscope de ces grains de sel recristallisé a montré de nombreuses reliques d'inclusions fluides intracristallines primaires comparables à celles que l'on peut observer dans les faciès de sel laiteux et limpide de la Bresse et que l'on attribue à des dissolutions et des précipitations synsédimentaires .

Ces analyses et observations confortent l'hypothèse du rôle possible joué par les mécanismes de dissolution-cristallisation lorsqu'ils s'associent à la déformation plastique pour provoquer la recristallisation dynamique des roches halitiques à l'échelle des temps géologiques.

## BIBLIOGRAPHIE

**BAAR C.A. 1977**

Applied salt rock mechanics 1, in-situ behavior of salt rock.  
Elsevier Amsterdam.

**BARD J.P. 1980**

Microtexture des roches magmatiques et métamorphiques.  
Masson, Paris.

**BARANGER P., DISNAR J.R., FARJANEL G., FOURMONT P. 1989**

Confrontation des données géochimiques et optiques quantitatives et qualitatives sur la matière organique associée aux séries salifères de la Bresse.  
Bull. Soc. Géol. France (8) vol n°5 pp 967-978

**BEEMAN M.L., KOHLSTEDT D.L. 1988**

Dislocations density : stress relationships in natural and synthetic sodium chloride.  
Tectonophysics, n°149, pp 147-161

**BEREST P 1985**

Problèmes géotechniques soulevés par la réalisation d'un enfouissement de déchets nucléaires dans le sel gemme.  
Bulletin de la Société Géologique France, tome 1 n°6, pp 807-814.

**BEREST P., GHOREYCHI M., GEOLTRAIN S. 1984**

Risques liés à la dissolution du sel gemme : la notion de couverture appliquée à l'analyse d'un gisement.  
Journée sur le sel 1<sup>er</sup> mars 1984, Ecole Polytechnique Paris, pp 185-205.

**BERGERAT F. 1986**

Apports et résultats de l'analyse microstructurale dans l'étude de la Bresse Chalonnaise (fossé de la Saône).  
Bull. Inf. Géol. Paris, volume 23 n°2.

**BERGERAT F., CAZE M., DAMOTTE B., GUELLEC S., MUGNIER, J.L., ROURE, F., TRUFFERT C. 1989**

Les structures distensives en Bresse d'après les données du profil sismique Jura-Bresse (programme ECORS)  
C.R.Acad. Sci.Paris, tome 309, série II, pp 325-332

**BILLAUX D., ROBELIN C. 1985**

Dôme de sel : étude bibliographique sur les conditions de leur formation.  
CCE - EUR 9866 FR - étude géoprospective d'un site de stockage, volume 4.

**BOSWORTH W. 1981**

Strain induced preferential dissolution of halite.  
Tectonophysics 78, pp 509-525.

- BOUCHER M., BOULANGER D., SAINTIVES J.P., KUNTZ P. 1979**  
 Lacunae and inclusions in the halite from Valence and Bresse saliferous basins.  
 Fifth symposium on salt, vol.1, publ. by the Northern Ohio Geological Society, pp 22-30.
- BRADSHAW R.L., SANCHEZ F. 1969**  
 Migration of brine cavities in rock salt.  
 Journal of Geophysical Research n°74, pp 4202-4212.
- BUSH D.D., BARTON N., 1989**  
 Hydrofracturing in Bedded Salt.  
 Int. J. Rock. Mech. Min. Sci., vol 26, n°6
- CARTER N.L., HANSEN F.D. 1983**  
 Creep of rock salt.  
 Tectonophysics 92, pp 275-333.
- CARTER N.L., HEARD H.C. 1970**  
 Temperature and rate dependent deformation of halite.  
 Am. Journ. of Science, vol 269, pp 193-249.
- CHARPENTIER J.P. 1984**  
 Fluage du sel gemme en température (moyens d'essais et résultats expérimentaux).  
 Journée sur le sel 1<sup>er</sup> mars 1984, Ecole Polytechnique, pp 137-149.
- CHARPENTIER J.P., BEREST P. 1985**  
 Fluage du sel gemme en température, moyens d'essai et résultats.  
 Revue Générale de thermique, n° 284-285, pp 685-687.
- CHAYE D'ALBISSIN M., BLANC PH., BERGUES J. 1984**  
 Mécanismes de déformation d'un sel de Bresse soumis à des essais de fluage en température.  
 Journée sur le sel 1<sup>er</sup> mars 1984 Ec. Polytechnique, pp 241-256.
- CURIAL A. 1986**  
 La sédimentation salifère et suprasalifère du paléogène bressan (France), comparaison entre les données diagaphiques et lithologiques - étude diagaphique du champs d'Etrez et synthèse du bassin.  
 Thèse Université Claude Bernard de Lyon - GRECO 52 n°11.
- DUMAS D. 1986**  
 La sédimentation paléogène dans le fossé salifère de Valence: géométrie des dépôts et aperçu des mécanismes sédimentaires.  
 Géologie de la France, n° 4, pp 399-416.
- FINES J, TIJANI S.M., VOUILLE G, BOUCLY P. 1979**  
 Détermination expérimentale de quelques paramètres élastoviscoplastiques des roches.  
 Congrès mécanique des roches, Montreux 1979, pp 139-143.
- GARCIA CELMA A., URAI J.L., SPIERS C.J. 1988**  
 A laboratory investigation into the interaction of recrystallisation and radiation damage effects in polycrystalline salt rocks.  
 Final report FY1W51FR-2, University of Utrecht.

- GEGUZIN Ya.E., DZYUBA A.S. 1974a**  
Study of liquid inclusions in a rock salt crystal over the entire temperature range of their existence.  
Soviet Physics Cristallographie 18 n°4, pp 510-513.
- GEGUZIN Ya.E., DZYUBA A.S. 1974b**  
Elastic - diffusion interaction of liquid inclusion in a NaCl single crystal.  
Soviet Physics Cristallographie 18 n°5, pp 660-662.
- GRATIER J.P. 1984**  
La déformation des roches par dissolution-cristallisation.  
Thèse de Doctorat d'état, Université de Grenoble.
- GUILLOPE M., POIRIER J.P. 1979**  
Dynamic recrystallization during creep of single crystalline halite, an experimental study.  
Journ. of Geoph. research - sept.10 vol.84 n°B10, pp 5557-5567.
- GUILLOPE M., POIRIER J.P. 1980**  
A model for stress induced migration of tilt grain boundaries in crystals of NaCl structure.  
Acta Metallurgica vol.28, pp 163-167.
- HANSEN F. 1987**  
Physical and mechanical variability of natural rock salt.  
Bulletin of the Association of Engineering Geologists, vol.XXIV n°2, pp 227-234.
- HARDIE L., LOWENSTEIN T.K., SPENCER R.J. 1983**  
The problem to distinguishing between primary and secondary features in evaporites.  
Sixth international symposium on salt.
- HORITA J., MATSUO S. 1986**  
Extraction and isotopic analysis of fluid inclusions in halites.  
Geochemical Journal, volume n°20, pp 261-272.
- JACKSON M.P.A., TALBOT C.J., 1986**  
External shapes, strain rates, and dynamics of salt structures.  
Geological Society of America Bulletin, vol 97, pp 305-323.
- JENKS G.H., CLAIBORNE H.C. 1981**  
brine migration in salt and its implication in the geologic disposal of nuclear waste.  
Oak Ridge National Laboratory , Oak Ridge, in ROEDDER E., CHOU I. M. 1982.
- JOCKWER N., GROSS S. 1985**  
Natural , thermal and radiolytical gas migration in rock salt as a result of disposed high-level radioactive waste.  
Proceedings, Scientific Basis for Nuclear Waste Management IX, Material Research Society, v. 50, pp 587-594.

**KIENER M. 1984**

Etude sédimentologique, pétrographique et minéralogique à partir des carottes et diagraphies de la partie supérieure du sel et de sa couverture paléogène dans le sondage EZ 08 (concession d'Etrez, bassin de Bresse, Ain).

Rapport de fin d'étude GRECO 52 (CNRS).

**KITTEL CH. 1971**

Introduction to solid state physics.

John Wiley & sons USA.

**KRIETLER C.W., FISHER R.S., SENGER R.K., HOVORKA S.D., DUTTON A.R. 1985**

Hydrology of an aquitard : Permian evaporite strata, Palo Duro Basin, Texas.

Congrès Tucson, Int. Ass. of Hydrog., memoires Vol n°17 pp 150-159.

**KUPFER D.H., 1968**

Relationship of internal to external structures of domal salt.

Diapirism and diapir, Am. Ass. Petro. Geol. Mem., n°8, pp 79.

**LANGER M. 1979**

Rheological behavior of rock masses.

Proc. 4<sup>th</sup> Int. Congress on rock mechanics, Montreux, pp 29-96.

**LANGER M. 1986**

Rheology of rock salt and its application for radioactive waste disposal purposes.

Proc. Int. Symp. on engineering in complex rock formation, Peking.

**LARROQUE J.M., ANSART M. 1985**

Les déformations liées à la tectonique distensive oligocène du bassin potassique de mulhouse : cas du secteur minier.

Bulletin de la Société Géologique de France, vol 8, tome 1, n°6.

**LEBRUN P 1990**

Méthodes de mesure des faibles porosités, application aux roches halitiques.

Rapport interne, CGI, Ecole des Mines de Paris.

**LECA D. 1990**

Caractérisation des altérations du granite d'Auriat (Creuse) étude de son espace poreux.

Thèse de doctorat, Ecole des Ponts et Chaussées, Paris.

**LERCHE I., O'BRIEN J.J. 1987**

Dynamical Geology of salt and related structures.

Academic Press.

**LLIBOUTRY L 1965**

Traité de glaciologie

Masson

**MASSON D. 1983**

Le stampien salifère du fosse bressan. Etude pétrographique et sédimentologique à travers le sondage EZ 53 recoupant cet horizon salifère.

Mémoire de DEA, université de Paris XI Orsay, GRECO 52.

**MASUZAWA T. 1979**

Impurities contained inside the crystals of solar and vacuum evaporated salts.

Fifth international symposium on salt, Hambourg, vol. 2,

North Ohio Geol. Soc..

**MENDELSON S. 1961a**

Dislocation etch pit formation in sodium chloride.

Journal of Applied Physics, vol 32, n°8, pp 1579-1583.

**MENDELSON S. 1961b**

Birefringence due to dislocations in glide bands of rock salt single crystals.

Journal of Applied Physics, vol.32 n°10, pp 1999-2004.

**MENDELSON S. 1962a**

Dislocations and plastic flow in NaCl single crystals.

Journal of Applied Physics, vol.33 n°7, pp 2175-2181.

**MENDELSON S. 1962b**

Role of surfaces in plastic flow of NaCl single crystals.

Journ. of Appl. physics vol.33 n°7, pp 2182-2186.

**MORETTO R. 1987**

Etude sédimentologique et géochimique des dépôts de la série salifère paléogène du bassin de Bourg-en-Bresse.

Thèse de doctorat, Université de Nancy.

**NATIONAL BUREAU OF STANDART 1981**

Physical properties data for rock salt. Monograph 167.

**PEACH C.J., SPIERS C.J., TANKIN A.J., ZWART H.J. 1985**

The influence of fluid rock interaction on rheology of salt rock and on ionic transport in the salt

Periodic report, University of Utrecht, contract n°WAS 153-80-7- N (N).

**POIRIER J.P. 1971**

Contribution à l'étude physique du fluage des solides, fluage à haute température de monocristaux de NaCl.

Thèse de Doctorat, Université de Paris-sud.

**POIRIER J.P. 1976**

Plasticité à haute température des solides cristallins.

Edition Eyrolles, Paris.

**PONTIKIS V. 1977**

Contribution à l'étude de la polygonisation de fluage dans les cristaux.

Thèse Université Paris VI

**PRICE R.H. 1986**

Uniaxial and triaxial mechanical experiments on rock salt samples from three Gulf coast domes.  
Geophysical Research letters, vol.13 n°10, pp 1031-1034.

**RIDDICK J.A., BUNGER W.B. 1959**

Technique of organic chemistry, organic solvents, vol 2.  
3r Ed, Editor Interscience Publ.

**ROEDDER E., CHOU I.M. 1982**

A critic of brine migration in salt and its implication in the geologic disposal of nuclear waste.  
Oak Ridge National laboratory, rept 5818 by JENK G.H. and CLAIRBORN H.C.,  
U.S. geological survey, open file report 82 1131.

**ROEDDER E. 1984a**

Fluids inclusions.  
Reviews in mineralogy, vol.12  
Mineralogical Society of America.

**ROEDDER E. 1984b**

The fluids in salt.  
American Mineralogist, volume n°69.

**SCHLICH M., JOCKWER N. 1985**

Simulation of water transport in heated rock salt : Proceedings,  
Scientific Basis for Nuclear Waste Management IX, Material Research  
Society, v. 50, pp 577-585.

**SHLICHTA P.J. 1968**

Growth, deformation, and defect structure of salt crystals.  
Geological Society of America, special paper 88, pp 598-617.

**SKROTZKI W., WELCH P. 1983**

Development of texture and microstructure in extruded ionic  
polycrystalline aggregates.  
Tectonophysics n° 99.

**SPIERS C.J., URAI J.L., LISTER G.S., BOLAND J.N., ZWART H.J. 1986**

the influence of fluid rock interaction on the rheology of salt rock.  
CEC, EUR 10399 EN.

**SPIERS C.J., PEACH C.J., BRZESOWSKY R.H., SCHUTJENS P.M.T.M., LIEZENBERG J.L.,  
ZWART H.J. 1989**

Long term rheological and transport properties of wet salt rocks.  
CCE, EUR 11848.

**TALBOT CJ, JACKSON M.P.A. 1987**

Internal kinematics of salt diapirs  
The Am. Ass. Petrol. Geol. Bul. Vol 71 n°9 pp 1068-1093

**URAI J.L. 1983**

Deformation of wet salt rocks.  
Thèse RU Utrecht, Pays Bas.



**URAI J.L., MEANS W.D., LISTER G.S. 1986**

Dynamic recrystallization of minerals.

Geoph. monogr. 36 from: mineral and rock deformation :  
laboratory studies, Patterson volume.

**WANG J.S.Y., MANGOLD D.C., TSANG C.F. 1988**

Thermal impact of waste emplacement and surface cooling associated with  
geologic disposal of high-level nuclear waste.

Environnement Geology and water science, vol.11, n°2, pp  
183-239.

**WENK H.R. 1985**

Preferred orientation in deformed metals and rocks: an introduction to  
modern texture analysis.

Academic press INC.

## ETUDE DU RÔLE DES INCLUSIONS FLUIDES DANS LES MÉCANISMES DE DÉFORMATION DES ROCHES HALITIQUES, APPLICATION AUX FORMATIONS SALIFÈRES DU BASSIN BRESSAN

**RESUME :** A travers cette étude, on s'attache à montrer que les saumures contenues dans les roches halitiques des formations salifères du Bassin bressan, apparaissent en quantités non négligeables et peuvent jouer un rôle important dans les mécanismes de déformation de ces roches, ce qui a une importance humaine d'un projet souterrain que lors de la formation des dômes ou diapirs.

Dans la première partie, au cours de l'étude pétrographique et pétrophysique sur des carottes provenant de sondages profonds, nous analysons l'espace poreux des principaux faciès des roches halitiques en adaptant les méthodes de mesure classiques. Ceci permet d'estimer la teneur *in situ* en saumures intercrystallines. On caractérise ensuite les inclusions fluides dans les cristaux de halite et une méthode de quantification de la teneur en saumures intracrystallines est développée.

La deuxième partie de l'étude concerne l'analyse du rôle potentiel de ces saumures dans les mécanismes de déformation. Une synthèse bibliographique est effectuée, puis certains aspects sont précisés à l'aide d'essais expérimentaux réalisés avec une microcellule de fluage permettant l'observation au microscope, en continu, d'une lame épaisse de matériau sous contrainte et en lui imposant un gradient de température. A l'échelle humaine, on montre notamment que la déformation cataclastique peut dans certains cas être prépondérante et peut fortement augmenter la perméabilité. L'ajout de saumures ou l'éclatement thermique des inclusions fluides peut faciliter la rupture de la roche. La thermomigration des inclusions fluides intracrystallines a également été analysée. A l'échelle des temps géologiques, on conforte, par des observations et des essais, l'hypothèse du rôle essentiel joué par les mécanismes de dissolution-cristallisation lorsqu'ils s'associent aux mécanismes de déformation plastique pour provoquer la recristallisation dynamique des roches halitiques.

**Mots clés :** Roche halitique, inclusion fluide, formation salifère, Bassin bressan, porosité, mécanisme de déformation, dissolution-cristallisation, microcellule de fluage.

## STUDY OF THE ROLE OF FLUID INCLUSIONS IN DEFORMATION MECHANISMS OF ROCK SALT, APPLICATION AT THE BRESSE BASIN SALIFEROUS FORMATIONS

**ABSTRACT :** In this study, we try to show that the amount of brines which are contained in rock salt of Bresse basin saliferous formation, are not negligible and that this brines can play an important rôle in deformation mechanisms of rock salt. This deal with the human scale of an underground storage project and for dome or diapir formations.

In the first chapter, petrographic and petrophysic studies on core samples from deep drilling are performed, we have analysed the porous space of the main facies of Bresse rock salt by take way of classical methods specially modified. This permitted to estimate the *in situ* intercrystalline brines content. Then we have characterized the intracrystalline fluid inclusions and a method for mesure intracrystalline brines content has been developed.

In the second chapter the potential rôle of the brines in deformation mechanisms has been analysed from bibliography synthesis. Some aspects have been investigated from experimental tests realized with a microcell which allow continuous microscopic observations of thick section under stress and thermal gradient. At human scale, we show more particularly, that cataclastic deformation can be preponderant and could strongly increase permeability. Brine addition and thermal bursting of fluid inclusions could make easier the rock rupture. Thermal migration of intracrystalline fluid inclusions has been analysed. At geological time scale, we comfort by observations and tests, the assumption of the essential part taking by solution-precipitation mechanisms when they are associated with plastic deformation mechanisms, to induce dynamic recrystallization of rock salt.

**Key words :** rock salt, fluid inclusion, saliferous formation, Bresse basin, porosity, deformation mechanism, solution-precipitation, creep microcell.